

Récupération du liant bitumineux provenant d'extraction

**Mise en application et adaptation de la nouvelle
norme européenne vis à vis des expériences
suisses**

Rückgewinnung bituminöser Bindemittel aus Extraktions- lösungen

**Überprüfung und Anpassung der neuen EN-Norm
an die schweizerischen Erfahrungen**

Laboratoire des voies de circulation (LAVOC)
de l'Ecole polytechnique fédérale de Lausanne
IMP Bautech S.A. Institut d'essais de matériaux à Oberbuchsitzen

Michel Pittet, responsable des essais (LAVOC)
Dr. Christian Angst ing. dipl. EPFZ, IMP Bautech S.A.

Mandat de recherche 14/99 sur proposition de l'Union des professionnels
suisses de la route (VSS)

Septembre 2002

Table des matières - Inhaltsverzeichnis

1. Résumé - Zusammenfassung	2
2. Objectif et démarche - Zielsetzung und Vorgehen	4
3. Etude des paramètres - Parameterstudie	5
3.1 Norme EN 12697 - Norm EN 12697	5
3.1.1 Etude des paramètres extrêmes - Bearbeitung der extremen Parameter	6
3.2 Norme SN 671 860 - Norm SN 671 860	8
3.2.1 Incidence de l'augmentation de la masse de liant – Einfluss der Vergrößerung der Bindemittelmenge	9
3.3 Amélioration des conditions d'essais - Verbesserung der Versuchsbedingungen	10
3.4 Essais préliminaires sur bitumes - Vorversuche	11
3.4.1 Validation des méthodologies - Validierung der Methode	11
3.5 Essais préliminaires sur enrobés - Vorversuche an Mischgutproben	17
3.5.1 Validation des méthodologies - Validierung der Methoden	17
4. Synthèse des expérimentations – Zusammenfassung	21
4.1 Répétabilité sur enrobés - Wiederholbarkeit am Mischgut	21
4.2 Reproductibilité sur enrobés – Reproduzierbarkeit am Mischgut	25
4.3 Vieillissement des enrobés stockés – Alterung des eingelagerten Mischgutes	31
5. Conclusions et recommandations – Folgerungen und Empfehlungen	32
6. Bibliographie - Literaturverzeichnis	34
7. Annexes – Anhang	35
7.1 Norme SN 671 860 novembre 1992	35
7.2 Extraits norme EN 12696-3 octobre 2000	41

Préambule - Vorwort

Cette recherche a été réalisée en commun par le Laboratoire des voies de circulation de l'EPFL à Lausanne (LAVOC) et IMP Bautest AG, Institut d'essais de matériaux à Oberbuchsitzen. En raison de l'utilité pratique importante pour les laboratoires, ce document a été établi en 2 langues. Signalons que contrairement aux usages habituellement appliqués dans les normes suisses, les 2 textes n'ont pas fait l'objet d'une traduction littérale.

Dieser Forschungsauftrag wurde durch das Laboratoire des voies de circulation de l'EPFL à Lausanne (LAVOC) und dem IMP Bautest AG, Institut für Materialprüfung in Oberbuchsitzen gemeinsam durchgeführt. Aufgrund der grossen praktischen Bedeutung der Ergebnisse für die Strassenbaulabors, wurde der Bericht zweisprachig erstellt. Im Unterschied zu den Schweizer Normen wurde anstatt einer wortgetreuen, eine sinngemässe Übersetzung des Textes vorgenommen.

1. Résumé - Zusammenfassung

L'appréciation du taux de vieillissement des enrobés par la caractérisation du liant récupéré est de plus en plus utilisée en technique routière. Les mandats de recherches précédents, (FA 7/75 [1], FA 7/77 [2] et FA 16/88 [3]) ont permis de définir, en Suisse, une méthodologie qui donne satisfaction autant pour ce qui concerne la précision des résultats obtenus (répétabilité et reproductibilité) que la simplicité et la rapidité de réalisation. Ces études ont permis d'élaborer la norme SN 671 860 "Liants bitumineux, prescriptions d'essai – Récupération du liant résiduel provenant d'extractions" [4].

Die Beurteilung des Alterungsverhaltens bituminöser Beläge aufgrund der Eigenschaften der rückgewonnenen Bindemittel hat in den letzten Jahren eine zunehmende Bedeutung erhalten. Die bisherigen Forschungsaufträge (FA 7/75 [1], FA 7/77 [2] sowie FA 16/88 [3]) erlaubten es, in der Schweiz eine Prüfmethode festzulegen, welche sowohl in Bezug auf Einfachheit der Durchführung als auch in Bezug auf deren Präzision (Wiederholbarkeit, Reproduzierbarkeit) befriedigt. Die Ergebnisse dieser Forschungsarbeiten haben zur Publikation einer Norm geführt: SN 671 860 "Bituminöse Bindemittel, Prüfvorschriften; Rückgewinnung aus Extraktionslösungen" [4].

La pré-norme européenne 12697-3 [5] de mars 1998 proposait l'utilisation d'un solvant unique, le dichlorométhane (chlorure de méthylène) avec des conditions d'essais plus larges que la norme suisse (dépression, température, masse de liant). L'intervention de plusieurs partenaires européens dont la Suisse a permis d'inclure l'utilisation d'autres solvants dans la version définitive EN 12697-3 d'octobre 2000 [6].

Die europäische Vornorm 12697-3 [5] (Stand März 1998) sah die Verwendung eines einzigen Lösungsmittels vor (Methylenchlorid) sowie Versuchsbedingungen, welche wesentlich ungenauer festgelegt wurden als dies in der Schweizer Norm geschah (Unterdruck, Temperatur, Bindemittelmasse). Die Intervention mehrerer Länder insbesondere der Schweiz haben dazu geführt, dass in der definitiven Fassung EN 12697-3, Oktober 2000, mehrere Lösungsmittel zugelassen sind [6].

Ce travail de recherche dont le but est de faciliter la mise en application de la norme européenne a permis de tester d'une part la méthode issue de la norme EN avec des conditions basées sur l'utilisation de dichlorométhane et d'autre part la méthode SN qui propose l'utilisation de toluène. Ce travail a aussi mis en évidence l'imprécision de la norme européenne.

Das Ziel dieses Forschungsauftrages bestand darin, die möglichen Unterschiede innerhalb der Euronorm aufzuzeigen, welche bei unterschiedlicher Auslegung der EN-Norm entstehen können. Zudem sollen die Ergebnisse der gemäss Schweizer Norm rückgewonnenen Bindemitteln mit denjenigen, welche gemäss Euronorm rückgewonnen wurden, verglichen werden.

Les résultats obtenus lors des essais d'investigations ont mis en évidence la problématique d'utilisation du toluène avec les conditions définies dans la norme EN qui sont spécifiques au dichlorométhane. Ces résultats montrent que l'application des paramètres dans des conditions extrêmes fixés par la norme EN peuvent mener à des différences de résultats significatifs.

Die Ergebnisse haben auch gezeigt, dass Probleme entstehen, falls die Bindemittelrückgewinnung gemäss EN-Norm mit Toluol, anstatt mit Dichlormethan durchgeführt wird. Die Versuchsbedingungen der EN-Norm wurden für Dichlormethan festgelegt, trotzdem ist die Verwendung von Toluol zugelassen. Die verschiedenen Lösungsmittel führen zu unterschiedlichen Ergebnissen.

La comparaison des méthodes des deux normes (EN et SN), avec des masses de bitume récupérés semblables de 150 g, a mis en évidence une parfaite corrélation sur une gamme de bitumes purs et d'enrobés très différents (bitumes purs et Bmp).

Es konnte aufgezeigt werden, dass eine sehr gute Übereinstimmung der beiden Methoden (EN und SN) erzielt werden kann, sofern bei der Euronorm die Menge des Bitumens mit 150 g gewählt wird. Diese Übereinstimmung wurde anhand mehrerer Bindemittel und PmBs festgestellt.

Les essais comparatifs entre les 2 laboratoires ont montré une très bonne corrélation. Ces résultats ont pu être obtenus par l'harmonisation des méthodes de préparation des échantillons et des méthodes d'essais.

Vergleichende Untersuchungen zwischen den beiden Labors haben eine hervorragende Korrelation aufgezeigt. Dieses Ergebnis wurde dadurch erreicht, indem vorgängig Prüfkörperherstellung sowie Prüfverfahren harmonisiert wurden.

Plusieurs essais réalisés à des périodes différentes sur des produits stockés à l'abri de la lumière et à une température stable ont permis de mettre en évidence l'effet du vieillissement dans le temps. La caractérisation des liants après récupération a montré qu'il fallait être très prudent en ce qui concerne le phénomène de restructuration du liant après essai. Un délai de repos de plusieurs heures (environ 6 heures) paraît nécessaire pour obtenir des valeurs de pénétration stabilisées, en particulier pour le bitume B 80/100 semi-soufflé de Cressier.

Im Rahmen der Arbeit wurden an den gleichen Mischgutproben Versuche in einem zeitlichen Abstand durchgeführt. Obwohl diese Mischgutproben bei konstant kühler Temperatur in einem dunklen Raum gelagert wurden, konnten Alterungseffekte aufgezeigt werden. Bei der Bestimmung der Penetration an einem angeblasenen B 80/100 Cressier wurde festgestellt, dass nach der Prüfkörper-Herstellung eine längere Wartezeit von mehreren Stunden (ca. 6 Stunden) erforderlich ist, um zuverlässige Werte zu erhalten.

Introduction

This research has been carried out by the Laboratory of Traffic Facilities (LAVOC) of the Swiss Federal Institute of Technology (EPFL) in Lausanne and by the material testing laboratory IMP Bautech AG in Oberbuchsiten jointly. Due to the great significance for practice, this document has been written in the two national languages German and French. In opposition to the usual rules applied for the Swiss standards, translation is not literal.

Summary

The estimation of aging behaviour of bituminous mixtures based on the characteristics of the recovered binder is more and more commonly applied. Previous research (FA 7/75 [1], FA 7/77 [2], and FA 16/88 [3]) made it possible to specify a test method that fulfil both simplicity of execution and precision of the results (repeatability, reproducibility). The outcomes of these research led to the publication of the Swiss standard SN 671,860 "Bituminous Binders, Test Procedure; Residual Binder Recovering from Extraction Solutions" [4]. The European (EN) draft Standard 12697-3 [5] (March 1998 version) mentions the possibility of using only one solvent (Dichloromethane). Moreover, the test conditions that are specified are substantially more inaccurate than the ones of the Swiss Standard (negative pressure, temperature, binder mass). However, the intervention of several countries, including Switzerland made it possible to include in the final version of the EN Standard the possibility of using several solvents (EN 12697-3, October 2000 [6]). The goal of this research consisted of pointing out the potential imprecision of the EN Standard process due to some ambiguous description. Though, the properties of binder recovered in accordance with the Swiss standard have been compared with the ones obtained in accordance with the EN Standard. The results also showed that with the European Standard, the problems appear when using Toluol, since the method is adapted to the use of Dichloromethane. Although the solvent specified in the EN standard is Dichloromethane, the use of Toluol is permitted. But the use of different solvents lead to different results.

Nevertheless, there is a good agreement between the two methods (EN and SN), when the quantity of bitumen of 150 g is selected. This concordance was determined with several pure, as well as polymer-modified bitumen. Comparative investigations showed an exceptional correlation between the results of the two laboratories. Such correlation has been reached by harmonising the sample preparation procedure, as well as of the test procedure. Results from several samples from the same mix stored in a dark room at constant cool temperature highlight aging effects on the binder properties. Therefore, a curing period of several hours (approx. 6 hours) appears to be necessary to obtain reliable penetration results, in particular with the bitumen B 80/100 from the Cressier refinery.

2. Objectif et démarche - Zielsetzung und Vorgehen

L'objectif de ce travail de recherche est de faciliter la mise en application par les laboratoires suisses de la norme européenne par un complément à la préface de la norme ainsi que par la publication de recommandations. Par le biais d'essais comparatifs, il doit être également déterminé, si la norme suisse substantiellement plus simple peut être encore utilisée et la norme européenne introduite en tant que méthode de référence.

Diese Forschungsarbeit soll die Einführung der Euronorm für die Bindemittelrückgewinnung vereinfachen. Die Forschungsergebnisse sollen in das nationale Vorwort bzw. den nationalen Anhang zur Euronorm Eingang finden. Durch vergleichende Untersuchungen soll auch abgeklärt werden, ob mit der wesentlich einfacheren Schweizer Norm weitergearbeitet werden darf und die Euronorm als sogenannte Referenzmethode aufgeführt wird.

Les différents éléments étudiés lors de ce travail de recherche sont :

Im Rahmen der Arbeit wurden folgende Schritte durchgeführt:

- Analyse des différences entre les 2 méthodes de récupération du liant (SN et EN). Mesure de l'incidence au moyen des essais classiques (pénétration, anneau et bille).
- Comparaison et harmonisation des modes opératoires des 2 laboratoires participants. Définition de tous les paramètres intervenants aux différents stades de traitement: harmonisation de la date de réalisation des différents essais; réchauffage des échantillons, température, durée; quantité de matériaux traité; efficacité des pompes à vides lors de la 1^{ère} phase de distillation; amélioration des pièges à vapeurs de solvant; définition de la méthode de traitement des liants récupérés, temps de repos des échantillons de liant après récupération.
- Comparaison des méthodes de récupération proposées par les normes SN 671 860 et EN 12697 lors d'essais préliminaires, par mise en solution au moyen de solvant, de 3 bitumes dont les caractéristiques sont connues. Le toluène est utilisé pour la procédure SN, le dichlorométhane pour la procédure EN. La récupération réalisée sur les 3 bitumes de duretés différentes permet d'évaluer l'effet de la chaîne d'essais complète, en prenant comme référence les résultats des essais de pénétration et de point de ramollissement anneau et bille.
- Comparaison des méthodes par récupération et analyse du liant de 6 types d'enrobés différents.
- Contrôle de la répétabilité effectuée dans un seul laboratoire au moyen des 2 méthodes sur 6 types d'enrobés différents.
- Contrôle de la reproductibilité effectuée dans deux laboratoires au moyen des 2 méthodes sur 6 types d'enrobés différents.
- Incidence du temps de stockage des échantillons d'enrobé sur les caractéristiques des liants récupérés.
- Aufzeigen der infolge verschiedener Bindemittelrückgewinnungen (SN und EN) erhaltenden Unterschiede in den klassischen Prüfungen (Penetration, Ring und Kugel).
- Gegenüberstellung und Harmonisierung der beiden Arbeitsanleitungen der beiden Labors. Festlegung sämtlicher Parameter: Vorwärmen der Prüfkörper, Temperatur und Dauer; Masse der Prüfkörper; Leistungsfähigkeit der Vakuumpumpen; Verbesserung der Kühlfalle; Harmonisierung der Probenbehandlung nach der Bindemittelrückgewinnung; Wartezeiten bis zur Prüfung.
- Vergleichende Vorversuche beider Normen (SN 671 860 sowie EN 12697) durch Rückgewinnung von Bindemitteln mit bekannten Eigenschaften, welche vorgängig in Lösung gebracht wurden. Für das SN-Verfahren wurde Toluol verwendet; für das EN-Verfahren Dichlormethan. Diese an 3 Bindemitteln verschiedener Härte durchgeführten Rückgewinnungen erlauben es, den Einfluss einer Kette mehrerer Prüfverfahren (Bindemittelrückgewinnung und Penetration bzw. EP RuK) zu untersuchen.
- Vergleichende Untersuchungen an 6 verschiedenen Mischgutsorten.
- Die Wiederholbarkeit (innerhalb des gleichen Labors) wurde abgeschätzt, indem für jede Prüfmethode 6-fach Bestimmungen durchgeführt wurden.
- Zur Abschätzung der Vergleichbarkeit zwischen den beiden Labors wurden mit jeder Prüfmethode 6 verschiedene Mischgutsorten untersucht.
- Einfluss der Lagerdauer von Mischgutproben auf die Eigenschaften des rückgewonnenen Bindemittels.

3. Etude des paramètres - Parameterstudie

3.1 Norme EN 12697 - Norm EN 12697

La nouvelle norme européenne EN 12697-3 d'octobre 2000 [6] propose des paramètres d'essais sensiblement différents de la norme appliquée en Suisse actuellement. Nous relèverons principalement:

Die neue Euronorm EN 12697-3, Oktober 2000 [6] enthält Versuchsbedingungen, die sich wesentlich von den in der Schweiz angewandten Methoden unterscheiden:

Une masse de bitume résiduelle non déterminée, mais il faut signaler que la prénorme de mars 1998 [5] proposait une masse de bitume résiduelle comprise entre 150 et 250 g (prise en compte dans ce travail de recherche).

Die Menge verbleibendes Bindemittel ist nicht festgelegt; der Euronorm-Entwurf März 1998 [5] hatte die Bindemittelmenge zwischen 150 und 250 g festgelegt.

L'utilisation de Silica gel (< 0.063 mm) lors de l'extraction, permettant d'éliminer l'eau résiduelle éventuellement contenue dans l'enrobé.

Verwendung von Silica Gel (< 0.063 mm) während der Extraktion um eventuell verbleibendes Wasser im Mischgut zu entfernen.

Comme solvant, le dichlorométhane (méthylène chlorure) avec un point d'ébullition de 40°C ou un autre solvant approprié.

Als Lösungsmittel schlägt die Norm die Verwendung von Methylenchlorid oder eines anderen Lösungsmittels vor. Methylenchlorid hat einen Siedepunkt von 40°C und verhält sich deutlich anders als andere Lösungsmittel.

Une 1^{ère} phase de distillation (réduction de la solution) avec comme paramètres: température du bain d'huile $115 \pm 5^{\circ}\text{C}$; pression de 85 ± 5 kPa; vitesse de rotation 75 ± 15 t/min.

Während der ersten Phase der Rückgewinnung sind die Versuchsparameter wie folgt festgelegt: Temperatur des Ölbad $115 \pm 5^{\circ}\text{C}$; Vakuum 85 ± 5 kPa; Rotationsgeschwindigkeit 75 ± 15 U/Min.

Une 2^{ème} phase (évaporation du solvant résiduel) avec comme paramètres: température du bain d'huile $150 \pm 1^{\circ}\text{C}$; pression de 1.3 ± 0.2 kPa; vitesse de rotation 75 ± 15 t/min; une durée de réduction de pression (de 85 à 1.3 kPa) durant une période de 5 min (sans tolérance spécifiée). Une application de ces conditions d'essais durant 10 min et si les bulles à la surface du liant ont disparues, un maintien des conditions d'essais durant 10 min supplémentaires. Si des bulles sont toujours apparentes après les 1^{ères} 10 min, poursuivre avec la 3^{ème} phase.

Während der zweiten Phase der Rückgewinnung sind die Parameter wie folgt festgelegt: Temperatur Ölbad $150 \pm 1^{\circ}\text{C}$; Vakuum 1.3 ± 0.2 kPa; Rotationsgeschwindigkeit 75 ± 1 U/Min. Die Reduktion des Druckes von 85 auf 1.3 kPa soll innerhalb von 5 Min. erfolgen, ohne dass die einzelnen Schritte festgelegt wurden. Die obgenannten Versuchsbedingungen sind 10 Min. lang einzuhalten und dann visuell festzustellen, ob Blasen entstehen. Falls keine Blasen entstehen, sind die Versuchsbedingungen weitere 10 Min. aufrecht zu erhalten. Falls Blasen entstehen, wird die Phase 3 eingeleitet.

Une 3^{ème} phase, si nécessaire, avec comme paramètres: température du bain d'huile $175 \pm 1^{\circ}\text{C}$; pression de 1.3 ± 0.2 kPa; vitesse de rotation 75 ± 15 t/min; une application de ces conditions d'essais durant 10 min et lorsque les bulles à la surface du liant ont disparues, un maintien des conditions d'essais durant 10 min supplémentaires.

Bei einer allfälligen erforderlichen 3. Phase gelten folgende Versuchsbedingungen: Temperatur Ölbad $175 \pm 1^{\circ}\text{C}$; Unterdruck 1.3 ± 0.2 kPa; Rotationsgeschwindigkeit 75 ± 15 U/Min. Nach 10 Min. ist visuell festzustellen, ob Blasen entstehen; sobald keine Blasen mehr entstehen sind die Versuchsbedingungen um weitere 10 Min. aufrecht zu erhalten.

Lorsque une 3^{ème} phase est nécessaire, le procès-verbal doit contenir le temps requis pour cette 3^{ème} phase (voir annexe 1).

Falls eine 3. Phase durchgeführt wird, ist der zeitliche Ablauf zu protokollieren (siehe Anhang 1).

3.1.1 Etude des paramètres extrêmes - Bearbeitung der extremen Parameter

Comme déjà cité, la norme européenne se différencie également par le fait que les paramètres d'essai ne sont pas définis de façon aussi précise que par la norme suisse actuelle. De ce fait, la norme européenne présente une grande marge de manœuvres quant aux paramètres d'essais.

Il a dû être analysé, si les essais exécutés avec des paramètres différents, lesquels remplissent les conditions données par la norme, aboutissent à des résultats discriminatoires. Pour cette raison, deux conditions d'essai distinctes ont été déterminées, avec lesquelles la marge de manœuvres de la norme européenne a pu être volontairement mise à épreuve.

- "EN mou" : (conditions légères)
Sous cette description, un mode opératoire fut élaboré de la sorte, que la récupération du liant soit exécutée avec le plus de ménagement. Le liant ainsi obtenu devrait être aussi mou que possible.
- "EN dur" : (conditions dures)
Sous cette description, un second mode opératoire fut élaboré de la sorte, que la procédure de récupération provoque un vieillissement important du liant ainsi obtenu.

Wie bereits erwähnt unterscheidet sich die Euronorm von der bisherigen Schweizernorm unter anderem auch dadurch, dass die Prüfbedingungen – wendiger präzise umschrieben sind. Innerhalb der in der Norm festgelegten Prüfbedingungen besteht ein grosser Spielraum.

Es sollte untersucht werden, ob unterschiedliche Versuchsdurchführungen, welche alle die Normbedingungen erfüllen zu unterschiedlichen Ergebnissen führen. Aus diesem Grunde wurden 2 Prüfbedingungen festgelegt, wobei bewusst der Spielraum der Euronorm ausgereizt wurde:

- "EN weich": (Schonende Bedingungen)
Unter diesem Titel wurde eine Arbeitsanleitung derart formuliert, um die Bindemittelrückgewinnung möglichst schonend zu vollziehen. Das daraus resultierende Bindemittel sollte möglichst weich sein.
- "EN hart": (Harte Bedingungen)
Unter diesem Titel wurde eine zweite Arbeitsanleitung derart formuliert, dass die Bindemittelrückgewinnung zu einer möglichst grossen Alterung des rückgewonnenen Bindemittels führen sollte.

Les deux modes opératoires sont présentés dans le tableau comparatif ci-dessous :

Die beiden Arbeitsanleitungen sind in der untenstehenden Tabelle einander gegenübergestellt.

Etapas	Norme EN	Modes opératoires	
		"EN mou"	"EN dur"
Prise d'essai	150-250 g	240 g	150 g
Température au début de l'essai	115 ± 5 °C	112 °C	120 °C
Pression au début de l'essai	85 ± 5 kPa	85 kPa	85 kPa
Ajout du mélange	"Continuellement"	Aussi rapide que possible	Introduction désactivée avant l'ajout des derniers 50 ml; distillation durant 5 min.; ensuite introduction du reste
Augmentation de la température de 115 à 150°C	Aucune indication quant à la durée d'augmentation de la température	Augmentation de la température de 115 à 150°C à l'aide d'un thermoplongeur en 5 min.	Augmentation par chauffage de l'évaporateur rotatif, temps nécessaire de 15 min.
Diminution de la pression jusqu'à 1.3 kPa	Aucune indication quant à la durée de diminution de la pression ¹⁾	Diminution en 2 min.	Diminution en 5 min.

Tableau 1 – Comparaison des modes opératoires

¹⁾ Dans la version définitive de la norme EN 12697-3 (octobre 2000) la durée est donnée avec 5 min.

Arbeitsschritte	EN-Norm	Prüfanleitung	
		"EN weich"	"EN hart"
Einwaage	150-250 g	240 g	150 g
Temperatur bei Prüfbeginn	115 ± 5°C	112°C	120°C
Druck bei Prüfbeginn	85 ± 5 kPa	85 kPa	85 kPa
Zuführung des Gemisches	"kontinuierlich"	möglichst rasch	Vor Einsaugen der letzten 50 ml Zufuhr abgestellt; 5 Min. destilliert; danach Rest eingesaugt.
Temperaturerhöhung von 115 auf 150°C	Keine Angabe wie rasch Temperatur zu erhöhen ist.	Mit Hilfe eines Tauchsieders Temperatur innert 5 Min. von 115 auf 150°C erhöht.	Erhöhung mit Heizung des Rotationsverdampfers benötigt 15 Min.
Druckabsenkung auf 1.3 kPa	Keine Angabe wie rasch Druck zu reduzieren ist ¹⁾ .	Absenkung innert 2 Min.	Absenkung innert 5 Min.

Tabelle 1 – Vergleich der Arbeitsanleitungen

Le même bitume B 80/100 a été dissous dans le chlorure de méthylène et récupéré en appliquant deux différentes méthodes d'essais. Pour chacune des méthodes d'essais, le même procédé a été exécuté 2 fois. Les valeurs moyennes des doubles essais sont présentées ci-dessous, voir tableau 2.

Das gleiche Bitumen B 80/100 wurde in Methylenchlorid gelöst und mit den obenstehenden beiden Arbeitsanleitungen rückgewonnen. Bei jeder Prüfmethode wurde das gleiche Verfahren zweimal durchgeführt, in der untenstehenden Tabelle 2 sind die Mittelwerte der Doppelbestimmungen aufgeführt.

		"EN mou" "EN weich"		"EN dur" "EN hart"		Ecart Différence
		EW	MW	EW	MW	
Penetration 25°C	[¹ / ₁₀ mm]	89/89	89	83/81	82	7
EP RuK	[°C]	47.7/47.5	47.6	48.4/49.0	48.7	1.1

EW : valeur individuelle – Einzelwert

MW : valeur moyenne – Mittelwert

Tableau 2 – Résultats sur B 80/100 avec chlorure de méthylène
Tabelle 2 – Ergebnisse mit B 80/100 und Methylenchlorid

Des résultats de cette expérimentation, les conclusions suivantes peuvent être tirées :

- Les différences entre les valeurs individuelles sont très faibles; pour le même laboratoire, les résultats obtenus montrent une bonne répétabilité.
- Les différences obtenues pour la pénétration et le point de ramollissement anneau et la bille entre les conditions d'essais de type "EN mou et EN dur" sont relativement élevées.

Avec cette investigation effectuée sur un liant de caractéristique moyenne, il a été mis en évidence que les conditions d'essai spécifiées dans l'euronorme offrent une marge de manoeuvre trop grande. Il est nécessaire de définir pour la méthode opératoire des conditions d'essai plus précises.

Aus den Untersuchungsergebnissen können folgende Schlüsse gezogen werden:

- Die Unterschiede zwischen den Einzelwerten sind sehr klein; die Ergebnisse lassen sich im gleichen Labor recht gut reproduzieren.
- Unterschiede in der Penetration und im Erweichungspunkt Ring und Kugel zwischen "EN weich" und "EN hart" sind relativ gross.

Mit dieser stichprobenweisen Untersuchung an einem Bindemittel konnte nachgewiesen werden, dass der Spielraum innerhalb der Euronorm zu gross ist. Es ist daher zwingend erforderlich die Prüfmethode präziser zu umschreiben.

¹⁾ In der endgültigen Fassung der EN 12697-3 (Oktober 2000) ist die Zeit mit 5 Min. angegeben.

3.2 Norme SN 671 860 - Norm SN 671 860

La norme suisse SN 671 860 "Liants bitumineux, prescriptions d'essais – Récupération du liant résiduel de solutions provenant d'extractions" [4] a été élaborée suite aux 3 mandats de recherche [1] [2] [3] réalisés dans les années 1976, 1987 et 1991.

Die Schweizer Norm SN 671 860 "Bituminöse Bindemittel, Prüfvorschriften; Rückgewinnung aus Extraktionslösungen" [4] wurde aufgrund dreier Forschungsaufträge festgelegt [1] [2] [3], die in den Jahren 1976, 1987 und 1991 abgeschlossen wurden.

L'essai de récupération du liant est réalisé au moyen d'un évaporateur rotatif avec une méthode opératoire dont les paramètres d'essais, tous définis, sont les suivants:

Die Bindemittelrückgewinnung wird anhand eines Rotationsverdampfer durchgeführt, wobei folgende Parameter festgelegt sind:

Le type de solvant utilisé est du toluène avec un point d'ébullition de 110.6 °C.

Als Lösungsmittel wird ein Toluol mit einem Siedepunkt von 110,6°C verwendet.

L'application de la norme est basée sur la récupération d'une masse de bitume résiduelle comprise entre 120 et 150 g.

Die Norm basiert auf einer verbleibende Bindemittelmenge von 120 und 150 g.

Une 1^{ère} phase de distillation (réduction de la solution) avec comme paramètres: température du bain d'huile 145 ± 1 °C; pression de 40 à 50 kPa; vitesse de rotation 60 ± 5 t/min .

In einer ersten Phase (grobes Abdestillieren des Lösemittels) wird bei einer Ölbadtemperatur von 145 ± 1°C und einer Umdrehungsgeschwindigkeit von 60 ± 5 U/Min. ein Unterdruck von 40 bis 50 kPa eingehalten.

Une 2^{ème} phase (évaporation du solvant résiduel) avec comme paramètres: température du bain d'huile 145 ± 1 °C; pression de 1.9 ± 0.1 kPa; vitesse de rotation 60 ± 5 t/min; une durée de réduction de pression (40 à 1.9 kPa) durant une période de 2 min. Un maintien de ces conditions d'essais durant 20 min ± 30 secondes.
(voir annexe 2)

In einer zweiten Phase (Endphase der Destillation) wird bei gleicher Temperatur und Umdrehzahl des Kolbens ein Druck von 1.9 ± 0.1 kPa während 20 Min. ± 30 Sek. eingehalten. Die Absenkung von 40 auf 1.9 kPa hat innert 2 Min. zu erfolgen.
(siehe Anhang 2)

3.2.1 Incidence de l'augmentation de la masse de liant – Einfluss der Vergrößerung der Bindemittelmenge

Lorsque les conditions spécifiées dans la norme SN 671 860 sont strictement appliquées, les caractéristiques du liant récupéré après mise en solution dans du toluène (voir essais préliminaires) correspondent aux caractéristiques du liant de base. Ces paramètres sont validés pour une masse de liant comprise entre 120 et 150 g. Lorsque l'on augmente la masse de liant à 250 g, les résultats montrent que la norme SN n'est pas adaptée à cette masse importante (tableau 3). Il en est de même lorsque l'on applique une pression identique de 1.3 kPa en lieu et place des 1.9 kPa habituel pour la norme SN, les paramètres divergeant sont alors, le solvant (toluène et dichlorométhane) et la température (145 et 150 °C) (tableau 4). Seules les conditions EN, avec du dichlorométhane et une pression de 1.3 kPa, permettent d'obtenir des résultats concordants (tableaux 5).

Im Rahmen der Vorversuche konnte aufgezeigt werden, dass sich die Eigenschaften der Bindemittel durch das Auflösen in Toluol und anschliessender Bindemittelrückgewinnung gemäss SN 671 860 nicht verändern, sofern die Versuchsbedingungen gemäss Norm strikte eingehalten werden. Diese Versuchsbedingungen wurden für eine Bitumenmasse von 120 bis 150 g evaluiert. Wird nun die Bindemittelmenge auf 250 g erhöht, zeigen die Versuchsergebnisse, dass das SN-Norm-Verfahren nicht geeignet ist (Tabelle 3). Auch wenn beim SN-Verfahren der Druck mit 1.3 kPa demjenigen der Euronorm angepasst wird, so zeigen die Unterschiede in den Ergebnissen, dass das Verfahren nicht geeignet ist (Tabelle 4). Wird allerdings das in der EN-Norm festgelegte Verfahren mit all seinen Parametern (250 g Bindemittel / 1.3 kPa / 150°C / Dichlormethan) eingehalten, können übereinstimmende Ergebnisse erhalten werden (Tabelle 5).

	B 80/100 – N° 3		
	Pen 25 °C [10 ⁻¹ mm]	A+B / RuK [°C]	IP [-]
Liant de base Basis Bindemittel	94	47.0	-0.4
Liant récupéré SN – Rückgewonnenes Bindemittel SN 250 g, 1.9 kPa, 145 °C	104	46.0	-0.3
Ecart - Unterschied	10	1.0	0.1

Tableau 3 – Méthode SN avec masse de liant 250 g
Tabelle 3 - Methode SN mit einer Bindemittelmenge von 250 g

	B 80/100 – N° 2		
	Pen 25 °C [10 ⁻¹ mm]	A+B / RuK [°C]	IP [-]
Liant de base - Basis Bindemittel	86	47.1	-0.6
Liant récupéré SN - Rückgewonnenes Bindemittel SN 250 g, 1.3 kPa, 145 °C	95	46.4	-0.5
Ecart - Unterschied	9	0.7	0.1

Tableau 4 – Méthodes SN et EN avec masse de liant 250 g, pression 1.3 kPa
Tabelle 4 - Methoden SN und EN mit einer Bindemittelmenge von 250 g, Druck 1.3 kPa

	B 80/100 – N° 1		
	Pen 25 °C [10 ⁻¹ mm]	A+B / RuK [°C]	IP [-]
Liant de base - Basis Bindemittel	88	47.2	-0.5
Liant récupéré EN – Rückgewonnenes Bindemittel EN 250 g, 1.3 kPa, 150 °C	88	46.9	-0.6
Ecart - Unterschied	0	0.3	0.1

Tableau 5 – Méthode EN avec masse de liant 250 g
Tabelle 5 - Methode EN mit einer Bindemittelmenge von 250 g

3.3 Amélioration des conditions d'essais - Verbesserung der Versuchsbedingungen

L'expérience accumulée a montré que l'huile de la pompe à vide avait tendance à être polluée par les vapeurs de solvant distillé. Ce phénomène a pour conséquence une diminution des performances de la pompe à vide, jusqu'à ne plus pouvoir atteindre les valeurs de vides exigées lors de la 2^{ème} phase, autant dans le cas de la norme SN (1.9 kPa) que de celui de la norme EN (1.3 kPa). Ce phénomène est très marqué dans le cas d'utilisation de dichlorométhane qui a un point d'ébullition extrêmement bas (40 °C).

De manière à protéger l'huile de la pompe à vide, IMP Bautech utilise un piège à vapeurs de solvant efficace qui a comme particularité d'abaisser la température des vapeurs de solvant, par circulation dans un bain d'alcool à basse température (environ 0 °C). Les vapeurs condensent dans le piège à solvant, l'huile de la pompe est protégée.

Le LAVOC utilise un autre principe, le vide nécessaire à la 1^{ère} phase de distillation (40 à 50 kPa) est produit au moyen d'une trompe à eau. Pour la 2^{ème} phase, le circuit est raccordé sur la pompe à vide qui est utilisée pour les basses pressions (schéma traditionnel), comme dans le cas d'IMP l'huile est protégée.

La trompe à eau utilisée par le LAVOC uniquement dans la 1^{ère} phase de distillation pourrait être remplacée par une pompe à vide primaire branchée uniquement lors de cette 1^{ère} phase.

Aufgrund der bisherigen Erfahrungen wurde festgestellt, dass das Öl der Vakuumpumpe durch Lösungsmitteldämpfe verunreinigt wird. Dies führt dazu, dass die Leistung der Vakuumpumpe derart reduziert wird, dass die angestrebten Drücke von 1.9 bzw. 1.3 kPa nicht erreicht werden können. Bei der Verwendung von Dichlormethan mit einem Siedepunkt von 40°C tritt der Leistungsabfall der Vakuumpumpe wesentlich früher auf, als bei der Verwendung von Toluol.

Um das Öl der Vakuumpumpe vor Lösungsmitteldämpfen zu schützen, werden bei IMP mit einer nachgeschalteten Kühlfalle die Dämpfe aufgefangen. Die Kühlfalle wird mit einem Alkoholbad auf ca. 0°C gekühlt.

Beim LAVOC wurde ein anderes Verfahren gewählt. Der erforderliche Unterdruck während der ersten Phase der Destillation (40 bis 50 kPa) wird mit einer Wasserstrahlpumpe erzeugt. Für die zweite Phase der Rückgewinnung wird die Vakuumpumpe angeschlossen. Auch in diesem Fall wird das Öl der Vakuumpumpe vor den Lösungsmitteldämpfen geschützt, denn die Dämpfe fallen vorwiegend in der ersten Phase an.

Die verwendete Wasserstrahlpumpe könnte auch durch irgendeine Vakuumpumpe ersetzt werden, die nur in der ersten Phase eingesetzt wird.



Photo du système LAVOC



Foto des Systems IMP

3.4 Essais préliminaires sur bitumes - Vorversuche

3.4.1 Validation des méthodologies - Validierung der Methode

L'étude a permis de fixer les conditions d'analyse des liants récupérés et de les harmoniser pour les 2 laboratoires participants. Cette procédure de caractérisation des échantillons de liants récupérés a été validée au LAVOC par évaluation de l'effet de la chaîne d'essais complète sur les résultats de pénétration et d'anneau et bille en prenant comme produits de référence 3 bitumes purs de duretés différentes :

- 1 bitume mou B 120/150
- 1 bitume moyen B 80/100 semi-soufflé de Cressier
- 1 bitume dur Mixelf 10/20

Es mussten die Prüfbedingungen präzise festgelegt und zwischen den Labors harmonisiert werden.

Aus diesem Grunde mussten für die Validierung der Methode neben der Bindemittelrückgewinnung auch nachgelagerte Prüfungen der Eigenschaften des Bindemittels (Penetration, EP RuKI) durchgeführt werden. Um den Einfluss der gesamten Prüfkette (Bindemittelrückgewinnung und Bestimmung der Eigenschaften) zu untersuchen, wurden am LAVOC 3 verschiedene Bindemittel untersucht:

- ein weiches Bitumen B 120/150
- ein mittleres Bitumen B 80/100 (Cressier)
- ein hartes Bitumen Mixelf 10/20

Pour l'ensemble des tests une masse de bitume de 150 g est fixée. Elle correspond à la masse maximale prévue par la norme SN et à la masse minimale prévue par la norme prEN. Chaque échantillon de bitume est préparé, caractérisé à l'origine, mis en solution, récupéré puis caractérisé après récupération selon le schéma suivant :

Für sämtliche Prüfungen wurde eine einheitliche Bitumenmasse von 150 g festgelegt. Sie entspricht der in der SN-Norm vorgesehenen maximal möglichen Bindemittelmenge sowie der gemäss EN-Norm minimal möglichen Bindemittelmenge. Für die einzelnen Schritte (Bindemittelvorbereitung, Bestimmung der Eigenschaften im Anlieferungszustand, Auflösen, Rückgewinnung und anschließende Bestimmung der Eigenschaften) wurde folgendes Schema eingehalten:

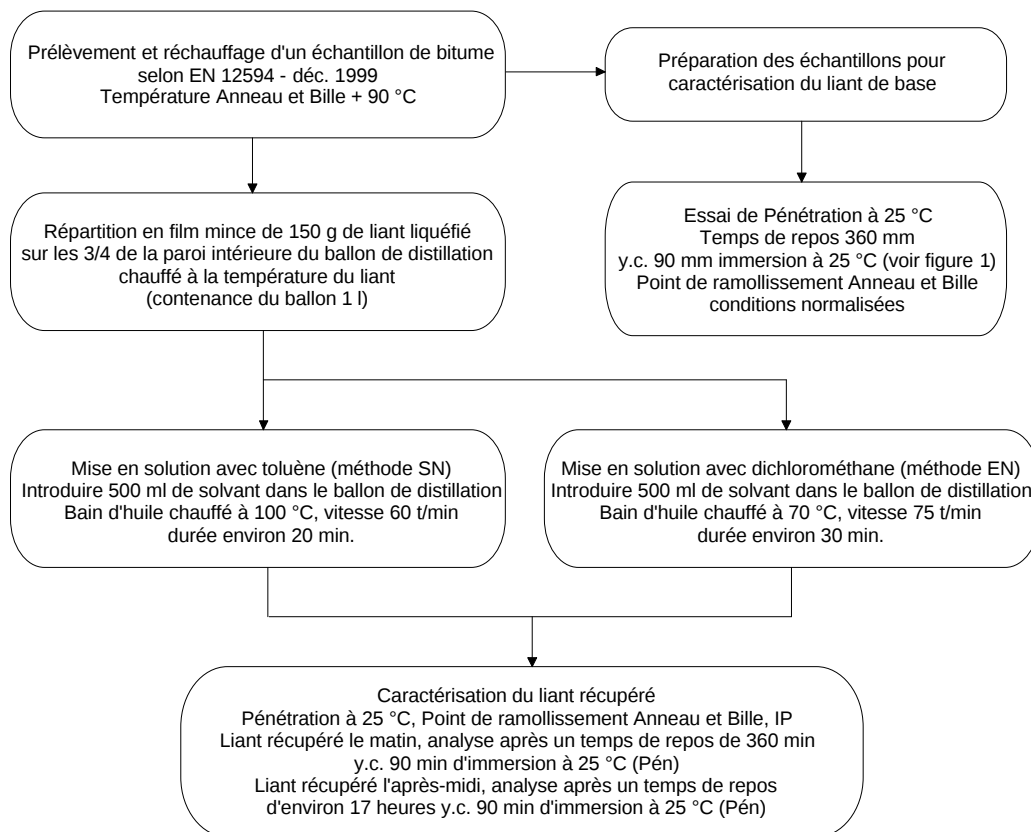
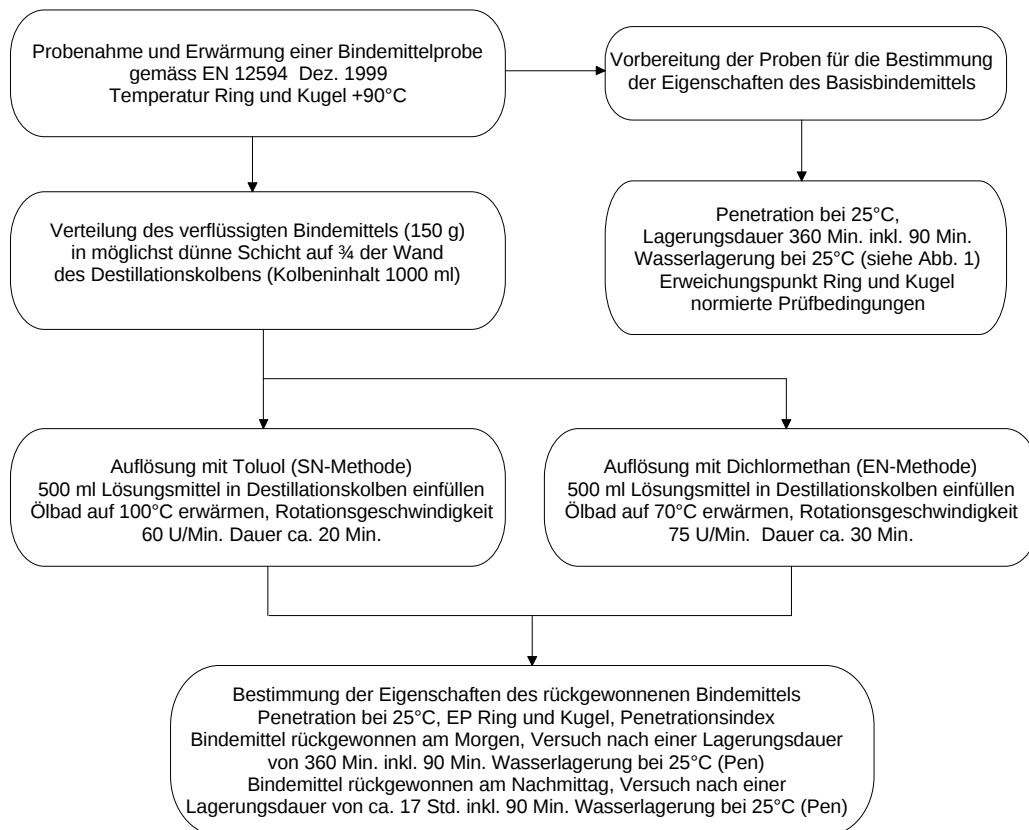


Schéma de traitement des échantillons de liant



Schema für die Behandlung von Bindemittelproben

Lors d'essais réalisés en phase d'investigations il a été constaté qu'après récupération d'un liant semi-soufflé B 80/100 de Cressier dans les conditions normalisées, les résultats obtenus montraient quelquefois des valeurs de pénétration notablement plus élevées que le bitume de base. Une expérimentation complémentaire a été réalisée avec prise en compte de temps de repos différents. Pour le bitume de base, 7 godets du même échantillon de bitume B 80/100 semi-soufflé de Cressier ont été testés avec des temps de repos différents. Dans le cas du bitume récupéré, 2 échantillons ont été testés. Dans les 2 cas, les résultats montrent une évolution de la pénétration avec une stabilisation après 5 à 6 heures. Un temps de repos d'environ 360 min (y.c. 90 min d'immersion pour la pénétration) permet donc au bitume de se stabiliser. Une répétition des essais réalisés le lendemain matin après 16 h de repos a permis d'obtenir les mêmes valeurs de pénétration qu'après 450 min (voir figure 1).

Im Rahmen der Vorversuche an einem angeblasenen B 80/100 Cressier wurde festgestellt, dass die Penetrationswerte nach Rückgewinnung zum Teil deutlich höher waren als im Anlieferungszustand. Es wurde eine zusätzliche Versuchsreihe mit unterschiedlichen Wartezeiten durchgeführt. Dabei wurde das Bitumen B 80/100 Cressier im Anlieferungszustand in 7 Penetrationsschalen abgefüllt und mit unterschiedlichen Wartezeiten geprüft. Beim rückgewonnenen Bindemittel wurden 2 Penetrationsschalen abgefüllt und untersucht. In beiden Fällen wurde eine deutliche Abnahme der Penetration festgestellt. Nach ca. 360 Min. (inkl. 90 Min. im Wasserbad) liegen die Werte auf gleichem Niveau; es erfolgt keine weitere Veränderung der Penetration. Eine Wiederholung der Versuche am folgenden Tag, das heisst nach 16 Std. Wartezeit, ergab ähnliche Werte wie nach 450 Min. (siehe Abbildung 1). Eine Wartezeit von 360 Min. reicht offenbar aus, um stabile Verhältnisse zu erhalten.

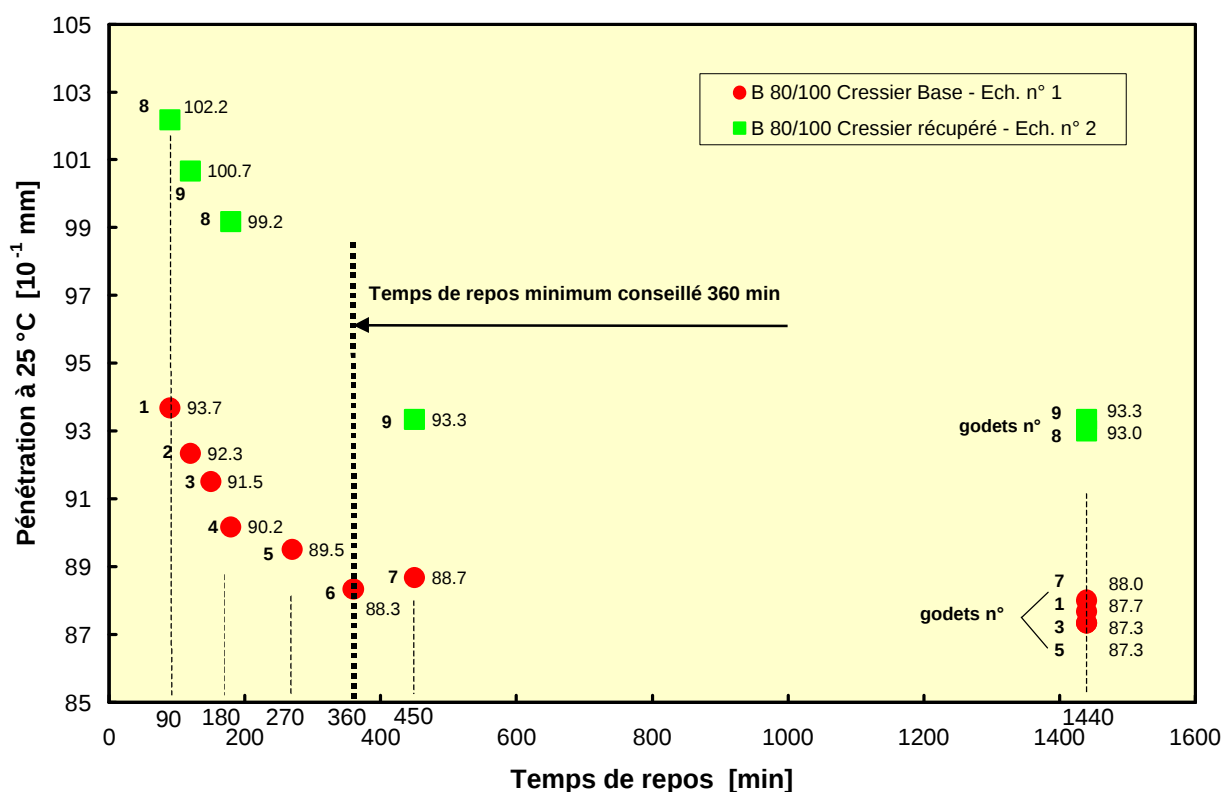


Figure 1 - Incidence du temps de repos sur B 80/100 semi-soufflé
Abbildung 1 – Einfluss der Lagerungsdauer auf die Bestimmung der Penetration (B80/100)

D'autre part un test de la nouvelle norme EN 1426 de détermination de la pénétrabilité à l'aiguille à mis en évidence, sur un échantillon de bitume semi-soufflé B 80/100 de Cressier, une même tendance de comportement liée à des temps de repos différents pour des seuils de températures de repos admis entre 15 et 30 °C. Les résultats obtenus montrent l'effet de la température du temps de repos sur la pénétrabilité. Dans le cas de cet échantillon, la température semble avoir une incidence significative sur le phénomène de stabilisation de cet échantillon de bitume. Les valeurs de pénétration obtenues sont plus basses à 15 qu'à 30 °C, de 8 à 11 1/10 de mm fonction des températures et des temps de repos (voir figure 2).

Eine Versuchsreihe mit der neuen EN-Norm 1426 für die Bestimmung der Nadelpenetration mit einem angeblasenen Bitumen B 80/100 Cressier hat die gleiche Tendenz aufgezeigt. Die Ergebnisse der Bestimmung der Nadelpenetration werden durch die Lagerungsdauer bei verschiedenen Temperaturen beeinflusst. Die Penetrationswerte (bestimmt bei 25°C) sind bei einer Lagerungstemperatur von 15°C tiefer als bei einer Lagerungstemperatur von 30°C. Die Unterschiede betragen 8 bis 11.1/10 mm (siehe Abbildung 2).

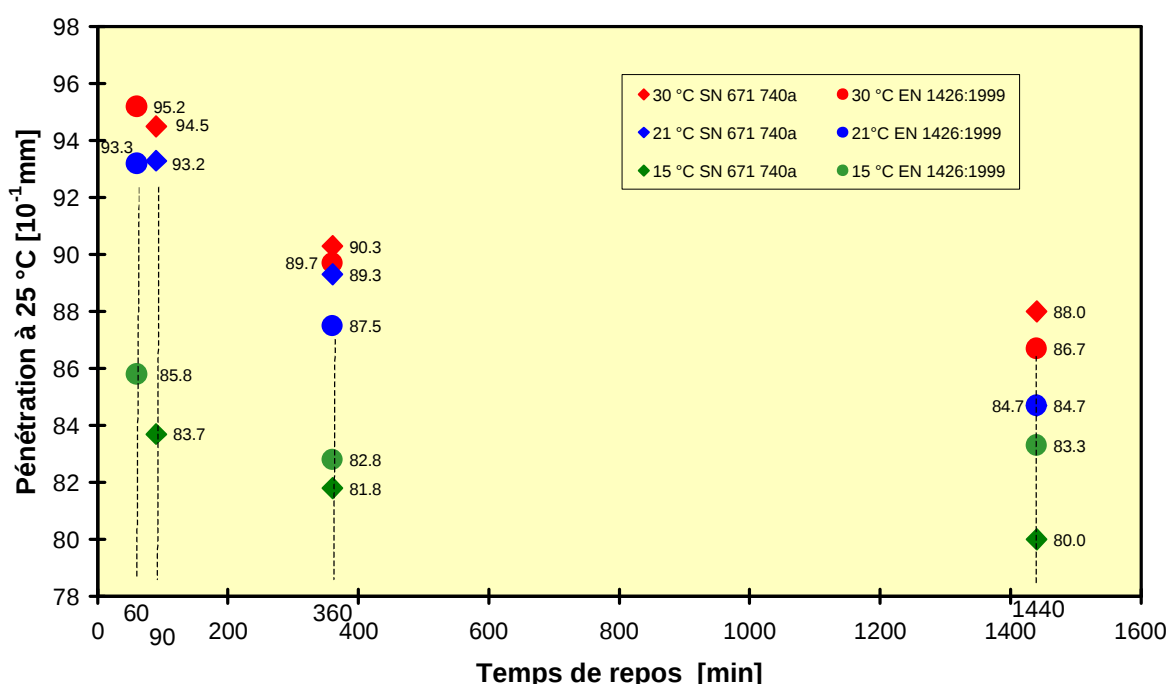


Figure 2 - Incidence de la température et du temps de repos sur B 80/100 semi-soufflé
Abbildung 2 – Einfluss der Lagerungsdauer und -temperatur auf die Bestimmung der Penetration eines B 80/100

La méthodologie, avec un temps de repos minimum de 360 min, a été appliquée avec satisfaction pour l'ensemble des tests réalisés sur les liants de base récupérés après mise en solution et sur les liants récupérés des enrobés. Elle a permis d'obtenir d'excellentes valeurs de répétabilité et de reproductibilité. Une bonne correspondance a été trouvée avec les échantillons récupérés l'après-midi et testés le lendemain matin, soit après environ 16 heures de repos à l'abri de la lumière et de la poussière.

Les résultats des essais préliminaires réalisés sur les 3 bitumes sélectionnés montrent pour un échantillon de masse semblable (150 g), pour les 2 méthodes normalisées SN et EN, une corrélation quasi parfaite. D'autre part aucun effet dû à la mise en solution puis récupération avec les solvants de type toluène ou dichlorométhane n'est mis en évidence. Les caractéristiques des bitumes de bases ne sont pas modifiées dans le cadre des 2 essais réalisés (voir tableau 6, figures 3 et 4).

Im Rahmen der weiteren Untersuchungen - mit rückgewonnenem Bindemittel sowie mit in Lösungsmittel aufgelöstem Bindemittel - wurde die minimale Lagerungsdauer von 360 Min. mit Erfolg eingehalten. Diese Lagerungsdauer hat es erlaubt, sehr gute Wiederholbarkeiten zu erhalten. Zudem wurde eine sehr gute Übereinstimmung mit Prüfkörpern festgestellt, welche am Nachmittag rückgewonnen und erst am folgenden Morgen, d.h. nach ca. 16 h Lagerung untersucht wurden.

Die an 3 verschiedenen Bindemitteln durchgeführten Vorversuche haben aufgezeigt, dass bei einer vergleichbaren Bitumenmasse die beiden Rückgewinnungsmethoden SN und EN eine sehr gute Übereinstimmung zeigen. Das Auflösen der Bindemittel in verschiedenen Lösungsmitteln (Toluol und Dichlormethan) sowie die anschliessende Bindemittelrückgewinnung beeinflussen die gemessenen Eigenschaften der beiden untersuchten Bindemitteln nicht (siehe Tabelle 6 sowie Abbildungen 3 und 4).

	B 120/150			B 80/100			10/20		
	Pen 25 °C [10 ⁻¹ mm]	A + B [°C]	IP [-]	Pen 25 °C [10 ⁻¹ mm]	A + B [°C]	IP [-]	Pen 25 °C [10 ⁻¹ mm]	A + B [°C]	IP [-]
Liant de base Basis Bindemittel	150	42.4	-0.3	90	47.2	-0.4	17	64.5	-0.4
Liant récupéré SN Rückgewonnene Bindemittel SN	149	42.3	-0.4	91	47.0	-0.5	16	65.9	-0.2
Liant récupéré EN Rückgewonnene Bindemittel EN	153	43.1	0	89	47.2	-0.5	17	64.8	-0.3
Ecart - Unterschied	4	0.8	0.4	2	0.2	0.1	1	1.4	0.2
Précision de la méthode d'essai selon SN resp. EN Präzision der Prüfmethode gemäss SN bzw. EN									
Concordance absolue SN ²⁾ Absolute Übereinstimmung SN ²⁾	10.0	1	-	7.6	1	-	4.7	1	-
Répétabilité EN ³⁾ Wiederholbarkeit EN ³⁾	15.0	1.9	-	9.0	1.9	-	1.7	1.9	-

Tableau 6 – Synthèse des résultats des essais préliminaires sur les liants
Tabelle 6 – Zusammenfassung der Vorversuche

²⁾ Selon exigences SN 671 740 et SN 671 743 [7] [8]

³⁾ Selon exigences EN 12697-3 [6]

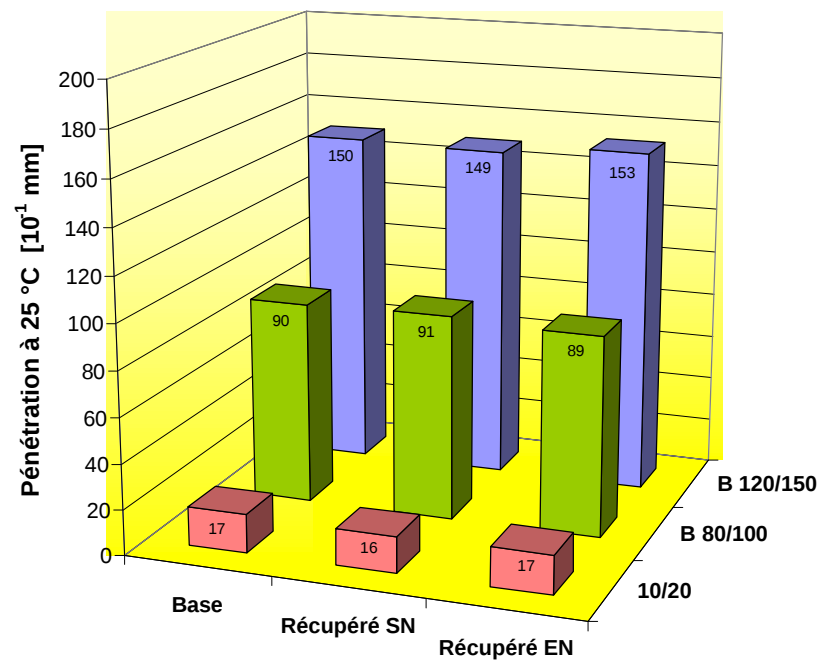


Figure 3 – Détermination de la pénétrabilité à l'aiguille à 25 °C
Abbildung 3 – Bestimmung der Penetration im Anlieferungszustand
sowie nach Rückgewinnung SN und EN

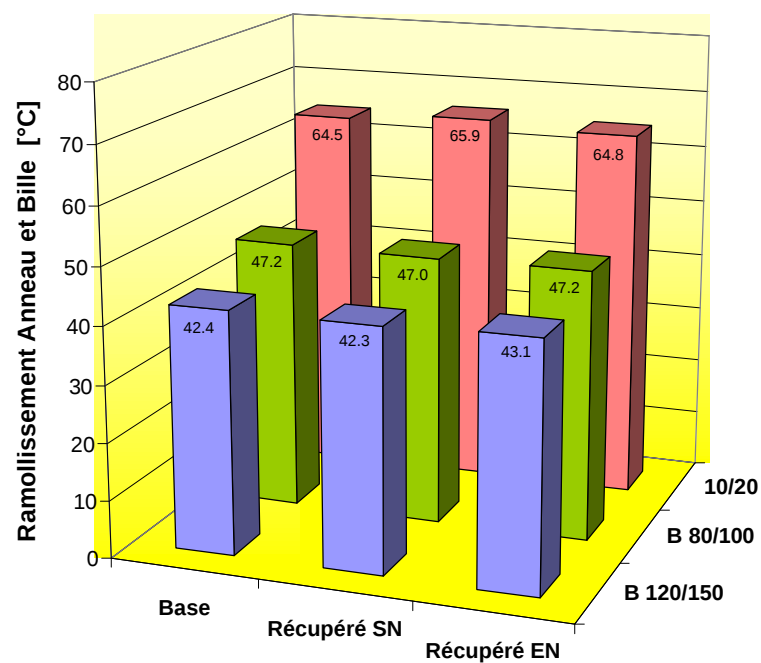


Figure 4 – Détermination du point de ramollissement Anneau et Bille
Abbildung 4 – Bestimmung des Erweichungspunktes RuK im Anlieferungszustand
sowie nach Rückgewinnung SN und EN

3.5 Essais préliminaires sur enrobés - Vorversuche an Mischgutproben

3.5.1 Validation des méthodologies - Validierung der Methoden

Comme pour les essais préliminaires réalisés sur les bitumes, la validation des méthodologies sur les enrobés est réalisée au LAVOC par évaluation de l'effet de la chaîne d'essais complète sur les résultats de Pénétration et d'Anneau et Bille en prenant comme produits de référence 6 enrobés de composition différente. Leurs principales caractéristiques sont indiquées ci-dessous dans le tableau 7.

Analog den durchgeführten Vorversuchen an aufgelösten Bindemitteln wurde die Methodenvalidierung beim LAVOC durchgeführt. Zu diesem Zweck wurde der Einfluss des Gesamtablaufes verschiedener Untersuchungen (Bindemittelrückgewinnung, Penetration und Ring und Kugel) auf die Ergebnisse der Versuche Penetration und EP RuK an 6 verschiedenen Mischgutproben untersucht.

Die wesentlichen Kennwerte der 6 ausgewählten Mischgutproben sind in Tabelle 7 aufgeführt.

Type d'enrobé Mischgut-Typ	Type de liant Bindemittel-Typ	Date de fabrication Herstellungsdatum	Liant / enrobé Bindemittelgehalt [Masse-%]	Module de richesse [-]
AB 11N	B 80/100 semi-soufflé Cressier	9.1998	6.20	3.9
MR 11	Styrelf 13/80 (élastomère)	13.10.1998	5.25	3.2
MR 11	BP Practiplast (plastomère)	14.10.1998	5.69	3.5
HMT 22R	B 400	20.10.1999	5.27	3.4
HMT 22S	B 80/100 semi-soufflé Cressier	18.09.1997	3.94	2.5
EME 2	Mixelf 10/20	19.09.1997	5.7	3.5

Tableau 7 – Caractéristiques des 6 enrobés analysés
Tabelle 7 – Kenndaten der 6 untersuchten Mischgut-Typen

Pour l'ensemble des tests la masse d'enrobé varie de manière à correspondre à une masse résiduelle de bitume récupéré fixée à 150 g. Elle correspond à la masse maximale prévue par la norme SN et à la masse minimale prévue par la prénorme EN. Chaque échantillon d'enrobé est réchauffé, quarté, le liant est extrait par mise en solution dans le solvant puis récupéré et caractérisé après selon le schéma suivant:

Die Menge des rückgewonnenen Mischgutes wurde für sämtliche Untersuchungen derart gewählt, dass eine resultierende Bindemittelmasse von 150 g sichergestellt werden konnte. Diese Menge entspricht der maximalen Bindemittelmenge gemäss SN sowie der minimalen Bindemittelmenge gemäss EN. Jede Mischgutprobe wurde erwärmt, anhand der Viertels-Methode reduziert, in Lösung gebracht und rückgewonnen, wobei folgender Ablauf eingehalten wurde:

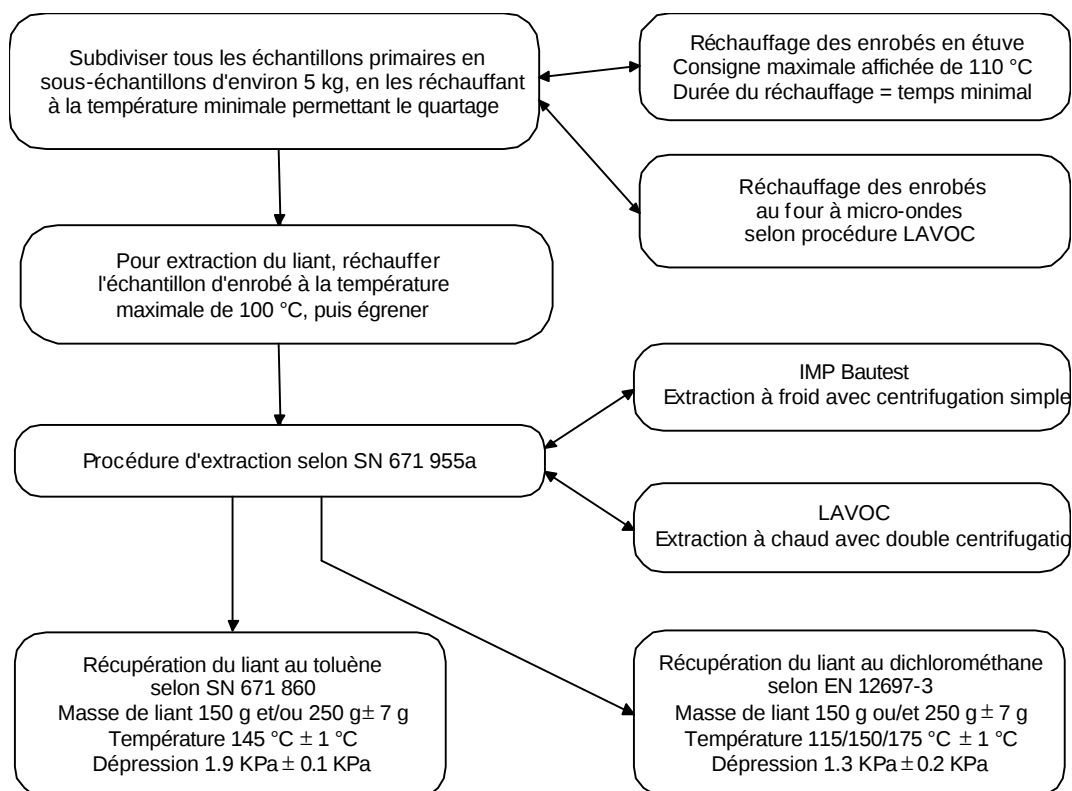
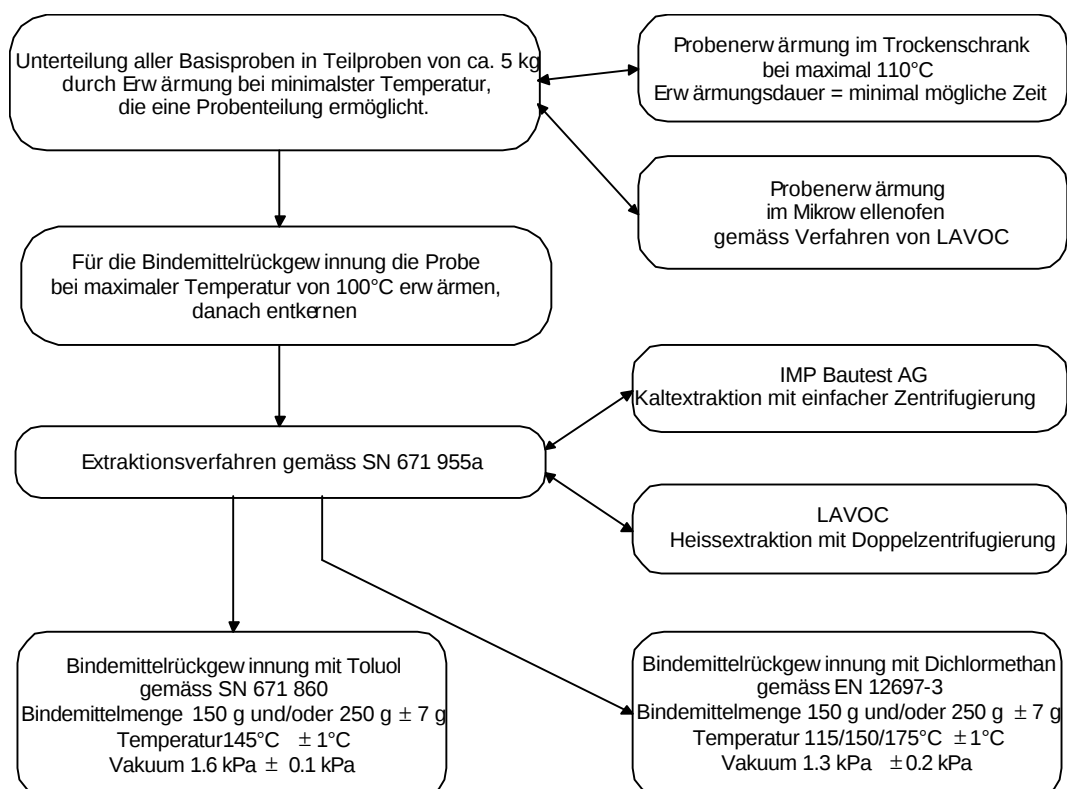


Schéma de traitement des échantillons d'enrobé



Schema für die Behandlung von Mischgutproben

Comme pour les essais préliminaires réalisés sur liants, les résultats des essais effectués sur les 6 enrobés sélectionnés montrent pour un échantillon de masse semblable (150 g), pour les 2 méthodes normalisées SN et EN, une très bonne corrélation (voir tableau 8, figures 5 et 6).

Analog den Vorversuchen die an Bindemittel durchgeführt wurden, konnte eine sehr gute Übereinstimmung der beiden Methoden SN und EN festgestellt werden (siehe Tabelle 8 sowie Abbildungen 5 und 6).

	AB 11N B 80/100			MR 11 Bmp élastomère			MR 11 Bmp plastomère		
	Pen 25 °C [10 ⁻¹ mm]	A + B [°C]	IP [-]	Pen 25 °C [10 ⁻¹ mm]	A + B [°C]	IP [-]	Pen 25 °C [10 ⁻¹ mm]	A + B [°C]	IP [-]
Liant récupéré SN Rückgewonnenes Bindemittel SN	40	56.7	-0.1	38	58.5	0.1	33	67.2	1.4
Liant récupéré EN Rückgewonnenes Bindemittel EN	40	56.4	-0.2	37	59.5	0.2	35	65.1	1.2
Ecart - Unterschied	0	0.3	0.1	1	1	0.1	2	2.1	0.2
Précision de la méthode d'essai selon SN resp. EN Präzision der Prüfmethode gemäss SN bzw. EN									
Concordance absolue SN ²⁾ Absolute Übereinstimmung SN ²⁾	5.6	1	-	5.5	1	-	5.4	1	-
Répétabilité EN ³⁾ Wiederholbarkeit EN ³⁾	4	1.9	-	3.8	1.9	-	3.4	1.9	-

	HMT 22 R B 400			HMT 22S B 80/100			EME 2 10/20		
	Pen 25 °C [10 ⁻¹ mm]	A + B [°C]	IP [-]	Pen 25 °C [10 ⁻¹ mm]	A + B [°C]	IP [-]	Pen 25 °C [10 ⁻¹ mm]	A + B [°C]	IP [-]
Liant récupéré SN Rückgewonnenes Bindemittel SN	82	48.8	-0.3	40	58.4	0.2	15	69.4	0.2
Liant récupéré EN Rückgewonnenes Bindemittel EN	81	48.8	-0.3	41	58.0	0.2	15	69.6	0.2
Ecart - Unterschied	1	0	0	1	0.4	0	0	0.2	0.0
Précision de la méthode d'essai selon SN resp. EN Präzision der Prüfmethode gemäss SN bzw. EN									
Concordance absolue SN ²⁾ Absolute Übereinstimmung SN ²⁾	7.3	1	-	5.6	1	-	4.6	1	-
Répétabilité EN ³⁾ Wiederholbarkeit EN ³⁾	8.2	1.9	-	4.1	1.9	-	1.5	1.9	-

Tableau 8 – Synthèse des résultats des essais préliminaires sur les enrobés
Tabelle 8 – Zusammenfassung der Ergebnisse aus den Vorversuchen mit Mischgut

²⁾ Selon exigences SN 671 740 et SN 671 743 [7] [8]

³⁾ Selon exigences EN 12697-3 [6]

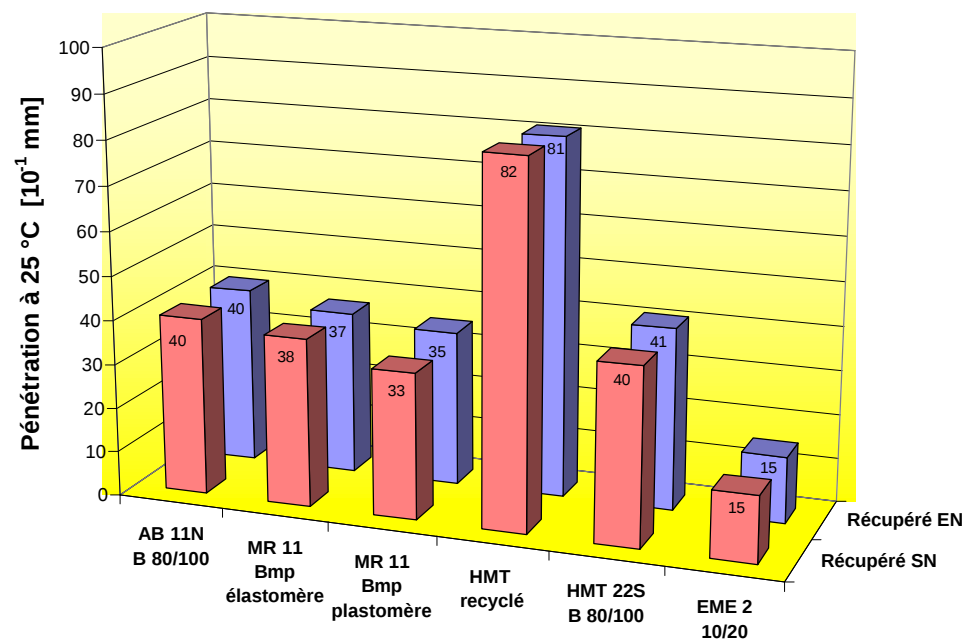


Figure 5 – Détermination de la pénétrabilité à l'aiguille à 25 °C
Abbildung 5 – Penetration bei 25°C

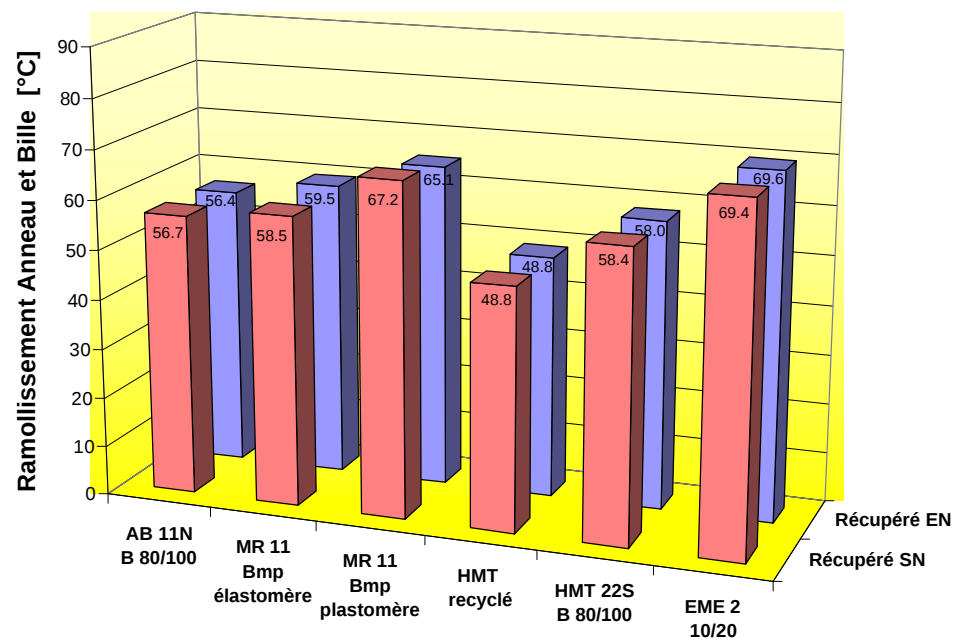


Figure 6 – Détermination du point de ramollissement Anneau et Bille
Abbildung 6 – Erweichungspunkt RuK

4. Synthèse des expérimentations – Zusammenfassung

4.1 Répétabilité sur enrobés - Wiederholbarkeit am Mischgut

La répétition des essais réalisée au LAVOC, en un laps de temps limité permettant de minimiser le vieillissement naturel, montre une très bonne répétabilité autant pour la méthode SN que pour la méthode EN. Comme pour les essais préliminaires réalisés sur enrobés, les résultats des essais obtenus sur les 6 enrobés sélectionnés montrent pour un échantillon de masse semblable (150 g) et pour les 2 méthodes normalisées SN et EN, une très bonne corrélation (voir tableau 9, figures 7 et 8).

Um den Einfluss der Alterung des Mischgutes zu erfassen, wurden am LAVOC Doppelbestimmungen innerhalb relativ kurzer Zeit durchgeführt. Die Ergebnisse zeigen eine sehr gute Übereinstimmung sowohl für die Rückgewinnung gemäss SN- als auch gemäss EN-Norm. Analog den Vorversuchen konnten die Untersuchungen am Mischgut eine sehr gute Übereinstimmung der beiden Normen EN und SN aufzeigen, sofern die Masse des rückgewonnenen Bindemittels mit 150 g gleich gewählt wurde (siehe Tabelle 9 sowie Abbildungen 7 und 8).

	AB 11N B 80/100			MR 11 Bmp élastomère			MR 11 Bmp plastomère		
	Pen 25 °C [10 ⁻¹ mm]	A + B [°C]	IP [-]	Pen 25 °C [10 ⁻¹ mm]	A + B [°C]	IP [-]	Pen 25 °C [10 ⁻¹ mm]	A + B [°C]	IP [-]
Liant récupéré 1 SN Rückgewonnenes Bindemittel 1 SN	35	58.7	0.0	34	60.4	0.2	31	69.5	1.6
Liant récupéré 2 SN Rückgewonnenes Bindemittel 2 SN	35	58.7	0.0	34	60.6	0.3	31	69.7	1.6
Liant récupéré 1 EN Rückgewonnenes Bindemittel 1 EN	34	59.7	0.1	33	61.6	0.4	31	68.3	1.4
Liant récupéré 2 EN Rückgewonnenes Bindemittel 2 EN	35	58.8	0.0	32	61.7	0.4	32	67.7	1.4
Ecart - Unterschied	1	1.0	0.1	2	1.3	0.2	1	2.0	0.2
Précision de la méthode d'essai selon SN resp. EN Präzision der Prüfmethode gemäss SN bzw. EN									
Concordance absolue SN ²⁾ Absolute Übereinstimmung SN ²⁾	5.4	1	-	5.3	1	-	5.0	1	-
Reproductibilité absolue SN ²⁾ Absolute Reproduzierbarkeit SN ²⁾	6.8	2	-	6.7	2	-	5.9	2	-
Répétabilité EN ³⁾ Wiederholbarkeit EN ³⁾	3.5	1.9	-	3.3	1.9	-	3.1	1.9	-
Reproductibilité EN ³⁾ Vergleichbarkeit EN ³⁾	9.4	3.4	-	9	3.4	-	8.4	3.4	-

²⁾ Selon exigences SN 671 740 et SN 671 743 [7] [8]

³⁾ Selon exigences EN 12697-3 [6]

	HMT 22 R B 400			HMT 22S B 80/100			EME 2 10/20		
	Pen 25 °C [10 ⁻¹ mm]	A + B [°C]	IP [-]	Pen 25 °C [10 ⁻¹ mm]	A + B [°C]	IP [-]	Pen 25 °C [10 ⁻¹ mm]	A + B [°C]	IP [-]
Liant récupéré 1 SN Rückgewonnenes Bindemittel 1 SN	71	50.3	-0.2	37	59.6	0.3	14	70.2	0.2
Liant récupéré 2 SN Rückgewonnenes Bindemittel 2 SN	74	49.5	-0.3	39	58.8	0.2	14	70.3	0.2
Liant récupéré 1 EN Rückgewonnenes Bindemittel 1 EN	71	49.3	-0.5	36	59.8	0.2	14	70.7	0.3
Liant récupéré 2 EN Rückgewonnenes Bindemittel 2 EN	67	50.6	-0.3	37	58.9	0.1	14	70.8	0.3
Ecart - Unterschied	7	1.3	0.3	3	1	0.2	0	0.6	0.1
Précision de la méthode d'essai selon SN resp. EN Präzision der Prüfmethode gemäss SN bzw. EN									
Concordance absolue SN ²⁾ Absolute Übereinstimmung SN ²⁾	6.8	1	-	5.5	1	-	4.6	1	-
Reproductibilité absolue SN ²⁾ Absolute Reproduzierbarkeit SN ²⁾	9.7	2	-	7.0	2	-	5.1	2	-
Répétabilité EN ³⁾ Wiederholbarkeit EN ³⁾	7.1	1.9	-	3.7	1.9	-	1.4	1.9	-
Reproductibilité EN ³⁾ Vergleichbarkeit EN ³⁾	19.1	3.4	-	10.1	3.4	-	3.8	3.4	-

Tableau 9 – Synthèse des résultats des essais de répétabilité sur les enrobés
Tabelle 9 – Zusammenfassung der Resultate wiederholbarkeit Versuche auf Mischgut

²⁾ Selon exigences SN 671 740 et SN 671 743 [7] [8]

³⁾ Selon exigences EN 12697-3 [6]

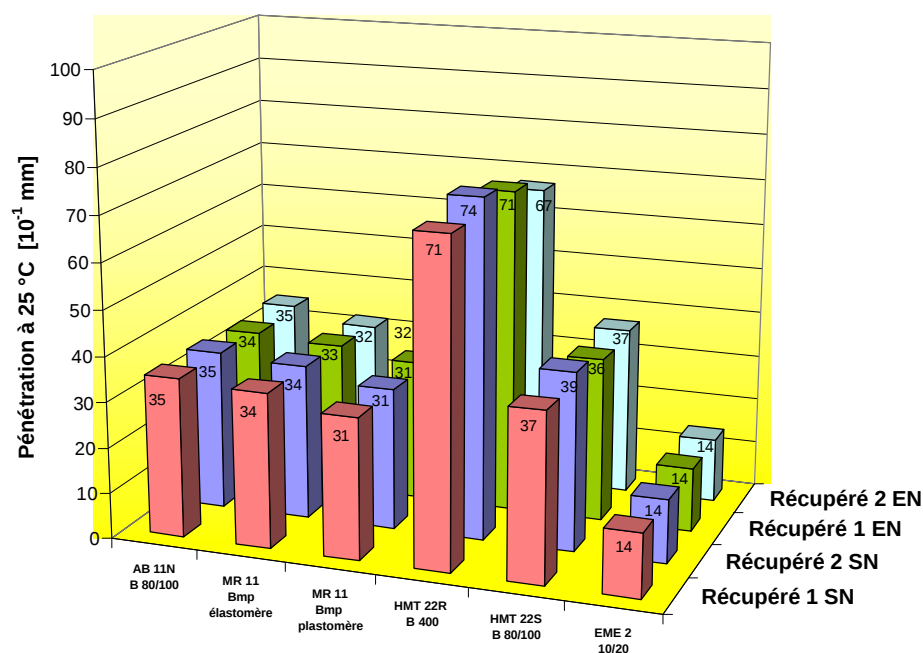


Figure 7 – Répétabilité sur enrobés - Détermination de la pénétrabilité à l'aiguille à 25 °C
Abbildung 7 – Doppelbestimmung der Penetration nach Rückgewinnung der Bindemittel
gemäss SN- bzw. EN-Norm.

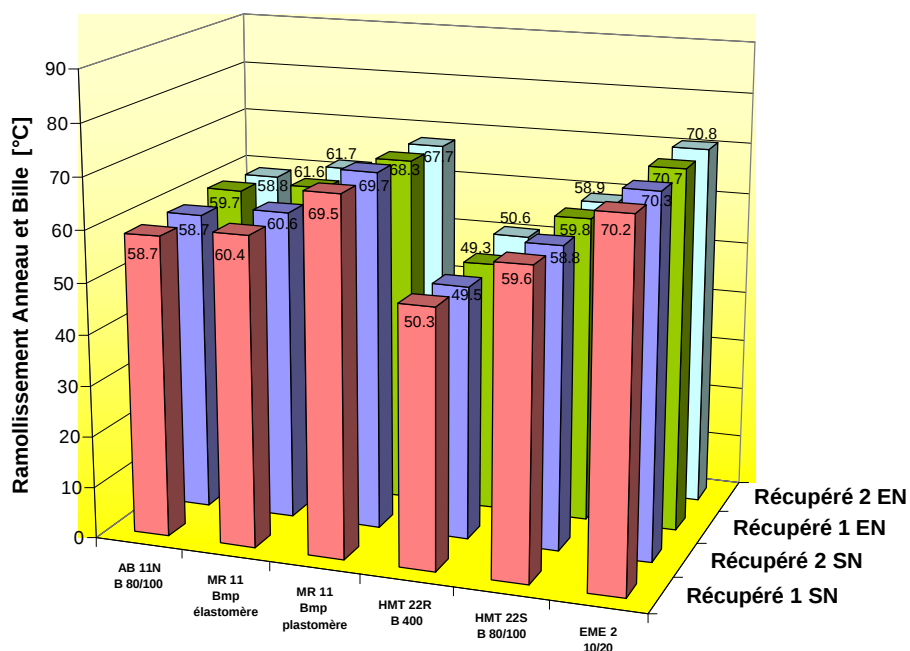


Figure 8 – Répétabilité sur enrobés - Détermination du point de ramollissement Anneau et Bille
Abbildung 8 – Doppelbestimmung des EP RuK nach Rückgewinnung der Bindemittel
gemäss SN- bzw. EN-Norm

L'essai Fraass réalisé à IMP sur le liant récupéré des enrobés montre une bonne concordance entre les résultats des méthodes SN et EN. L'écart le plus élevé (mais conforme aux exigences) est obtenu sur le Bmp BP Practiplast (voir tableau 10, figure 9).

Die Ergebnisse des Brechpunktes nach Fraass an den gemäss SN und EN rückgewonnenen Bindemittel stimmen recht gut überein. Der grösste Unterschied, der allerdings noch immer innerhalb der Vergleichbarkeit liegt, besteht beim Bindemittel Practiplast (siehe Tabelle 10 sowie Abbildung 9).

	AB 11N B 80/100	MR 11 Bmp élastomère	MR 11 Bmp plastomère	HMT 22 R B 400	HMT 22S B 80/100	EME 2 10/20
Point de fragilité Fraass [°C] - Brechpunkt nach Fraass [°C]						
Liant récupéré SN Rückgewonnenes Bindemittel SN	-15	-13	-14	-17	-15	-4
Liant récupéré EN Rückgewonnenes Bindemittel EN	-14	-15	-18	-17	-15	-3
Ecart - Unterschied	1	2	4	0	0	1
Précision de la méthode d'essai selon SN resp. EN Präzision der Prüfmethode gemäss SN bzw. EN						
Concordance absolue SN ⁴⁾ Absolute Übereinstimmung SN ⁴⁾	4					
Reproductibilité absolue SN ⁴⁾ Absolute Reproduzierbarkeit SN ⁴⁾	6					
Répétabilité EN ⁵⁾ Wiederholbarkeit EN ⁵⁾	3					
Reproductibilité EN ⁵⁾ Vergleichbarkeit EN ⁵⁾	6					

Tableau 10 – Synthèse des résultats d'essais Fraass; Comparaison des méthodes SN / EN
Tabelle 10 – Brechpunkt nach Fraass; Vergleich der Rückgewinnungsmethoden SN bzw. EN

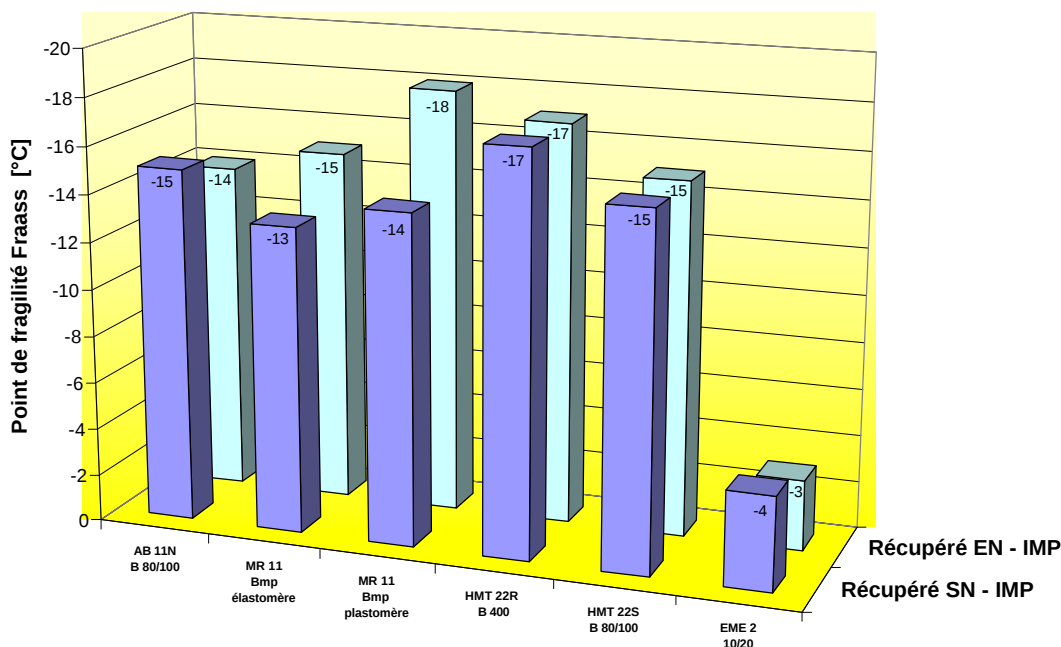


Figure 9 – Répétabilité sur enrobés – Point de fragilité Fraass
Abbildung 9 – Brechpunkt nach Fraass; Vergleich der Rückgewinnungsmethoden SN bzw. EN

⁴⁾ Selon SN 671 755 [9]

⁵⁾ Selon EN 12593 [10]

4.2 Reproductibilité sur enrobés – Reproduzierbarkeit am Mischgut

Les essais comparatifs réalisés dans les laboratoires du LAVOC (résultats 1^{er} essais répétabilité) et d'IMP Baute, en un laps de temps défini permettant de minimiser le vieillissement et par l'harmonisation des méthodes opératoires concernant toute la chaîne de traitement a permis d'obtenir une bonne reproductibilité autant pour la méthode SN que pour la méthode EN (voir tableau 11, figures 10 à 19).

In den beiden Labors LAVOC und IMP wurden Vergleichsuntersuchungen innerhalb einer relativ kurzen Zeitdauer durchgeführt, um die Alterung des Asphaltes möglichst klein zu halten. Dank der Harmonisierung der Prüfverfahren konnte eine ausgezeichnete Wiederholbarkeit sowohl mit der Methode SN als auch mit der Methode EN festgestellt werden. (siehe Tabelle 11 sowie Abbildungen 10 bis 19).

	AB 11N B 80/100			MR 11 Bmp élastomère			MR 11 Bmp plastomère		
	Pen 25 °C [10 ⁻¹ mm]	A + B [°C]	IP [-]	Pen 25 °C [10 ⁻¹ mm]	A + B [°C]	IP [-]	Pen 25 °C [10 ⁻¹ mm]	A + B [°C]	IP [-]
Liant récupéré 1 SN-LAVOC Rückgewonnenes Bindemittel 1 SN-LAVOC	35	58.7	0.0	34	60.4	0.2	31	69.5	1.6
Liant récupéré SN-IMP Rückgewonnenes Bindemittel SN-IMP	41	55.7	-0.3	34	58.5	-0.1	32	63.6	0.7
Liant récupéré 1 EN-LAVOC Rückgewonnenes Bindemittel 1 EN-LAVOC	34	59.7	0.1	33	61.6	0.4	31	68.3	1.4
Liant récupéré EN-IMP Rückgewonnenes Bindemittel EN -IMP	35	57.8	-0.2	32	60.8	0.2	30	64.7	0.8
Ecart - Unterschied	7	4.0	0.4	2	3.1	0.5	2	5.9	0.9
Précision de la méthode d'essai selon SN resp. EN Präzision der Prüfmethode gemäss SN bzw. EN									
Reproductibilité absolue SN ²⁾ Absolute Reproduzierbarkeit SN ²⁾	6.9	2	-	6.7	2	-	6.5	2	-
Reproductibilité EN ³⁾ Vergleichbarkeit EN ³⁾	9.8	3.4	-	9	3.4	-	8.4	3.4	-

	HMT 22 R B 400			HMT 22S B 80/100			EME 2 10/20		
	Pen 25 °C [10 ⁻¹ mm]	A + B [°C]	IP [-]	Pen 25 °C [10 ⁻¹ mm]	A + B [°C]	IP [-]	Pen 25 °C [10 ⁻¹ mm]	A + B [°C]	IP [-]
Liant récupéré 1 SN-LAVOC Rückgewonnenes Bindemittel 1 SN-LAVOC	71	50.3	-0.2	37	59.6	0.3	14	70.2	0.2
Liant récupéré SN-IMP Rückgewonnenes Bindemittel SN-IMP	76	48.3	-0.6	37	57.9	-0.1	14	69.1	0.1
Liant récupéré 1 EN-LAVOC Rückgewonnenes Bindemittel 1 EN-LAVOC	71	49.3	-0.5	36	59.8	0.2	14	70.7	0.3
Liant récupéré EN-IMP Rückgewonnenes Bindemittel EN-IMP	71	50.0	-0.3	35	59.5	0.1	13	70.0	0.1
Ecart - Unterschied	5	2	0.4	2	1.9	0.4	1	1.6	0.2
Précision de la méthode d'essai selon SN resp. EN Präzision der Prüfmethode gemäss SN bzw. EN									
Reproductibilité absolue SN ²⁾ Absolute Reproduzierbarkeit SN ²⁾	9.8	2	-	6.9	2	-	5.1	2	-
Reproductibilité EN ³⁾ Vergleichbarkeit EN ³⁾	19.5	3.4	-	9.8	3.4	-	3.7	3.4	-

Tableau 11 – Synthèse des résultats des essais de reproductibilité sur les enrobés
Tabelle 11 – Zusammenfassung der Ergebnisse der Vergleichsuntersuchung zwischen
beiden Labors LAVOC und IMP

²⁾ Selon exigences SN 671 740 et SN 671 743 [7] [8]

³⁾ Selon exigences EN 12697-3 [6]

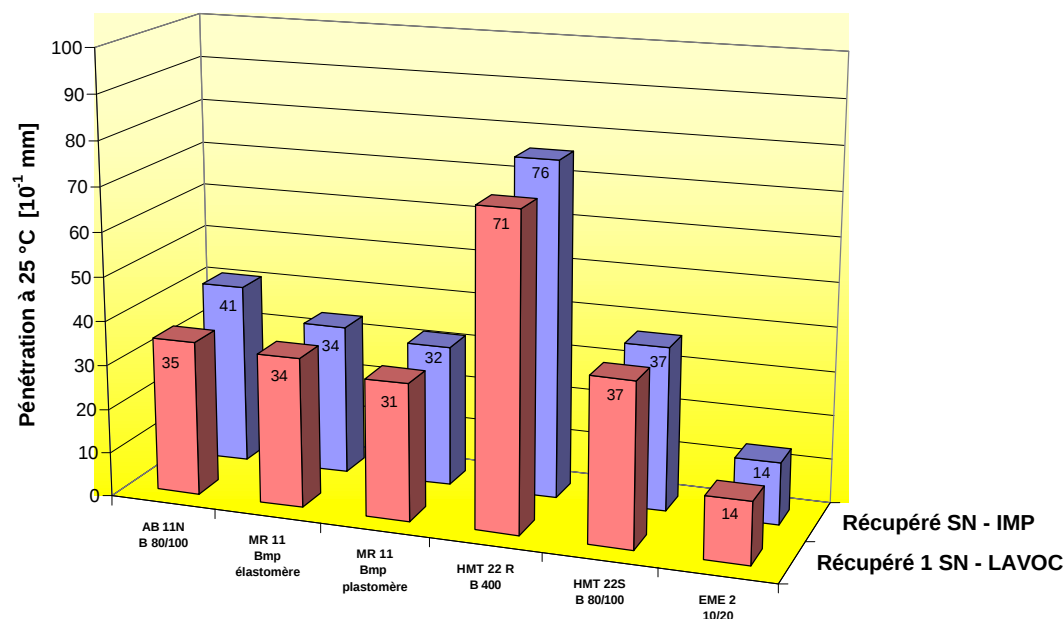


Figure 10 – Reproductibilité sur enrobés, méthode SN - Détermination de la pénétrabilité à l'aiguille à 25°C - Comparaison LAVOC / IMP

Abbildung 10 – Penetration nach Rückgewinnung des Bindemittels gemäss SN; Vergleich der beiden Labors LAVOC und IMP

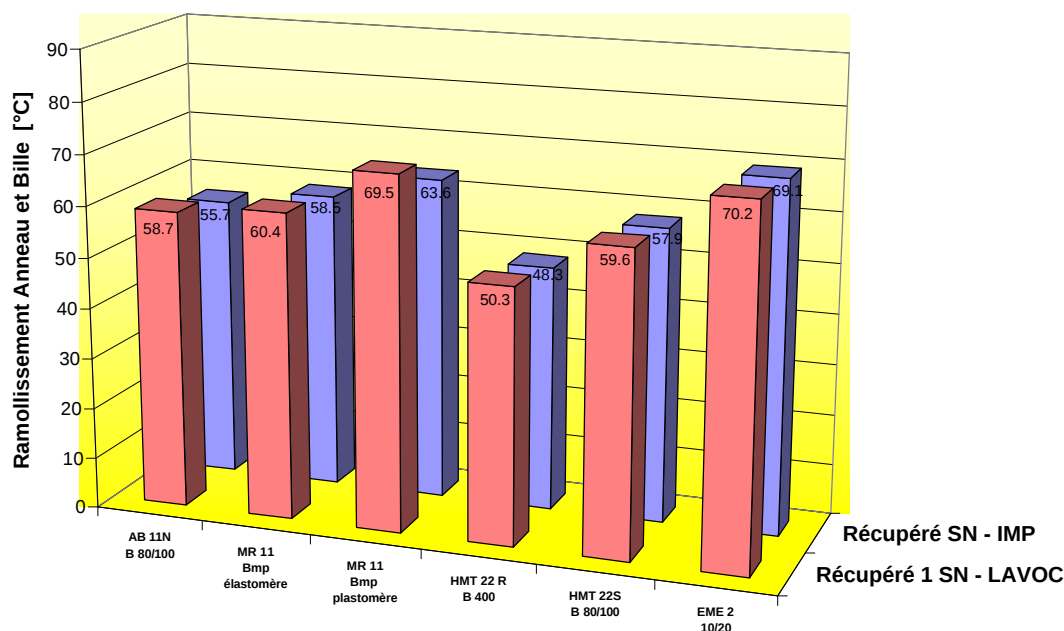


Figure 11 – Reproductibilité sur enrobés, méthode SN - Détermination du point de ramollissement Anneau et Bille - Comparaison LAVOC / IMP

Abbildung 11 – EP RuK nach Rückgewinnung des Bindemittels gemäss SN; Vergleich der beiden Labors LAVOC und IMP

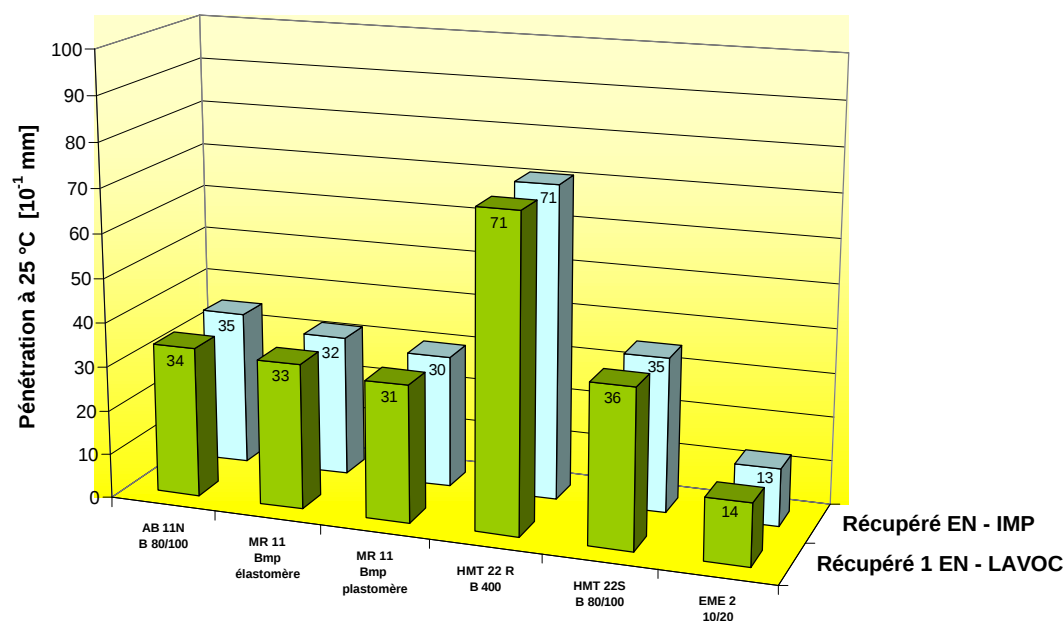


Figure 12 – Reproductibilité sur enrobés, méthode EN - Détermination de la pénétrabilité à l'aiguille à 25°C - Comparaison LAVOC / IMP

Abbildung 12 – Penetration nach Rückgewinnung des Bindemittels gemäss EN; Vergleich der beiden Labors LAVOC und IMP

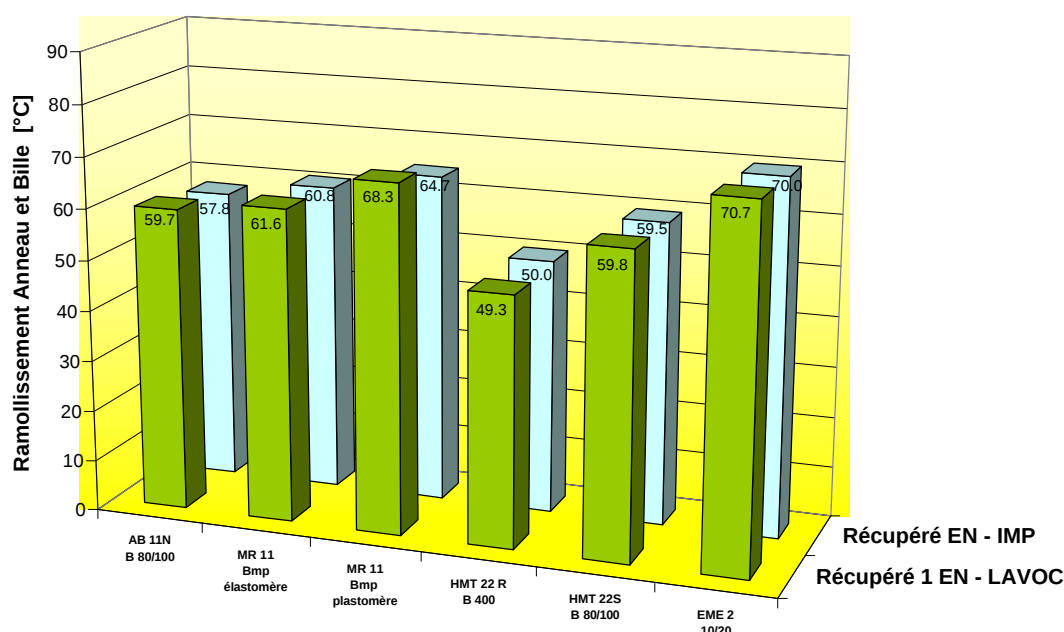


Figure 13 – Reproductibilité sur enrobés, méthode EN - Détermination du point de ramollissement Anneau et Bille - Comparaison LAVOC / IMP

Abbildung 13 – EP RuK nach Rückgewinnung des Bindemittels gemäss EN; Vergleich der beiden Labors LAVOC und IMP

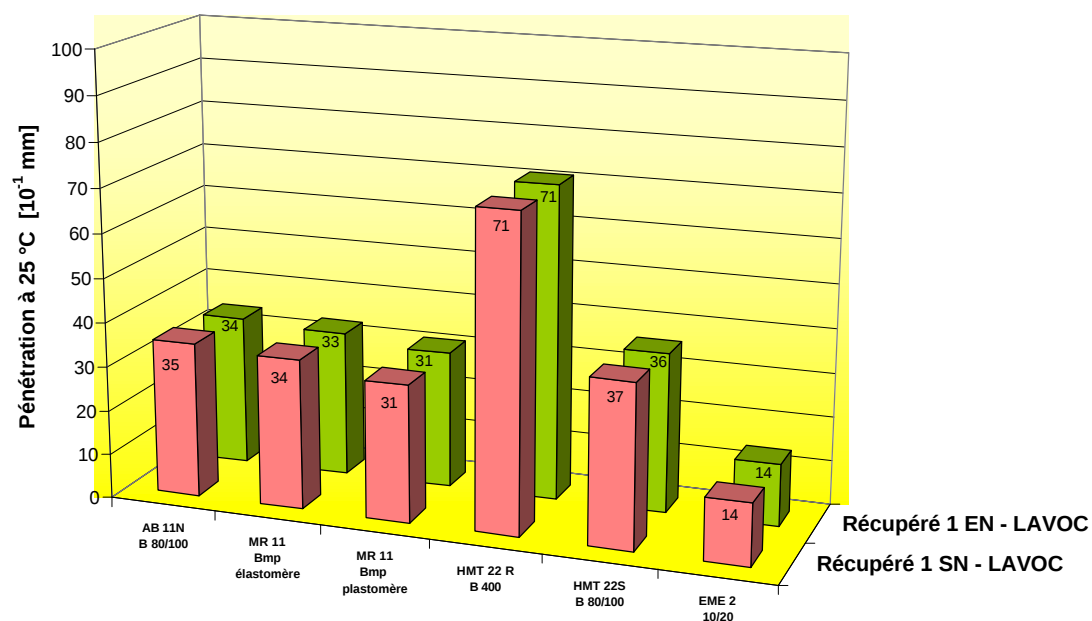


Figure 14 – Reproductibilité sur enrobés, méthode SN / EN - Détermination de la pénétrabilité à l'aiguille à 25 °C - Comparaison LAVOC
Abbildung 14 – Penetration nach Rückgewinnung gemäss SN bzw. EN im Labor LAVOC

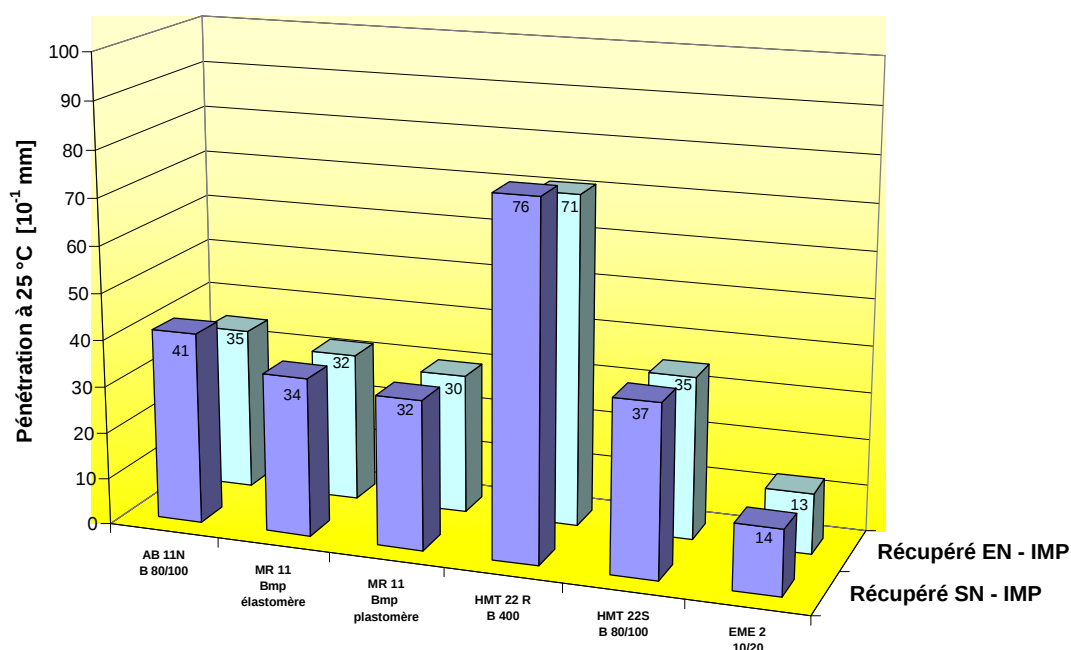


Figure 15 – Reproductibilité sur enrobés, méthodes SN / EN - Détermination de la pénétrabilité à l'aiguille à 25 °C - Comparaison IMP
Abbildung 15 – Penetration nach Rückgewinnung gemäss SN bzw. EN im Labor IMP

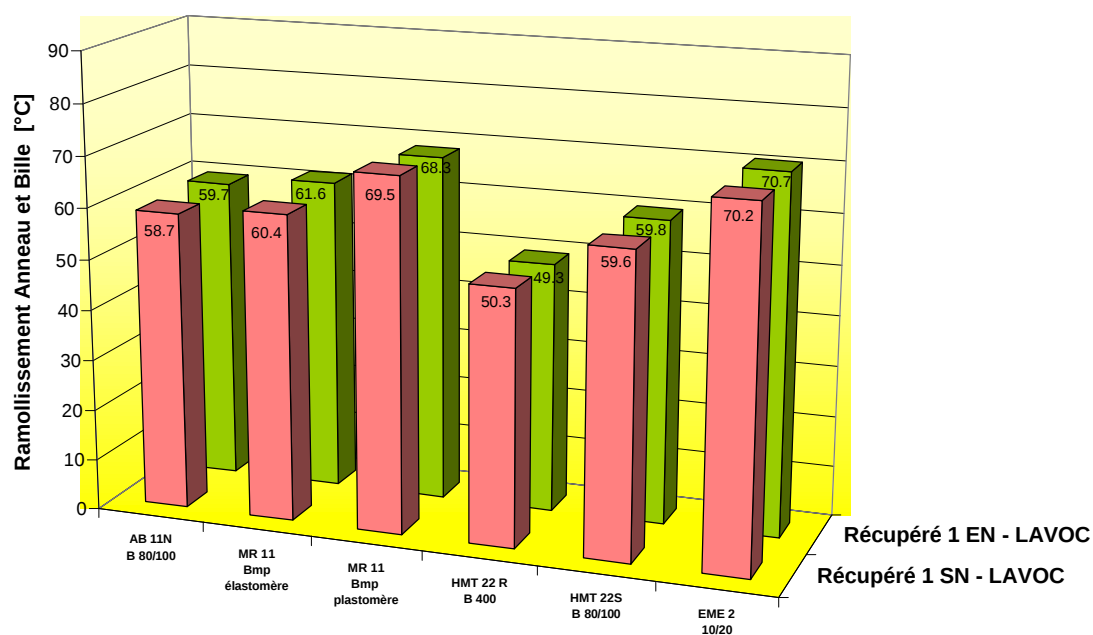


Figure 16 – Reproductibilité sur enrobés, méthodes SN / EN - Détermination du point de ramollissement
Anneau et Bille - Comparaison LAVOC
Abbildung 16 – EP RuK nach Rückgewinnung gemäss SN bzw. EN im Labor LAVOC

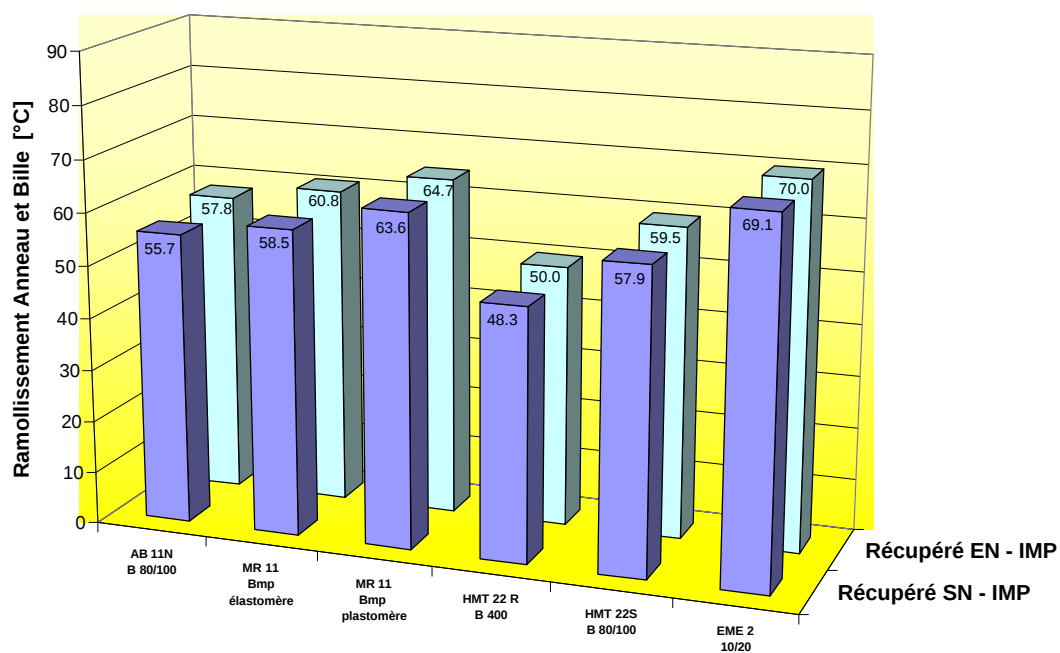


Figure 17 – Reproductibilité sur enrobés, méthodes SN / EN - Détermination du point de ramollissement
Anneau et Bille - Comparaison IMP
Abbildung 17 – EP RuK nach Rückgewinnung gemäss SN bzw. EN im Labor IMP

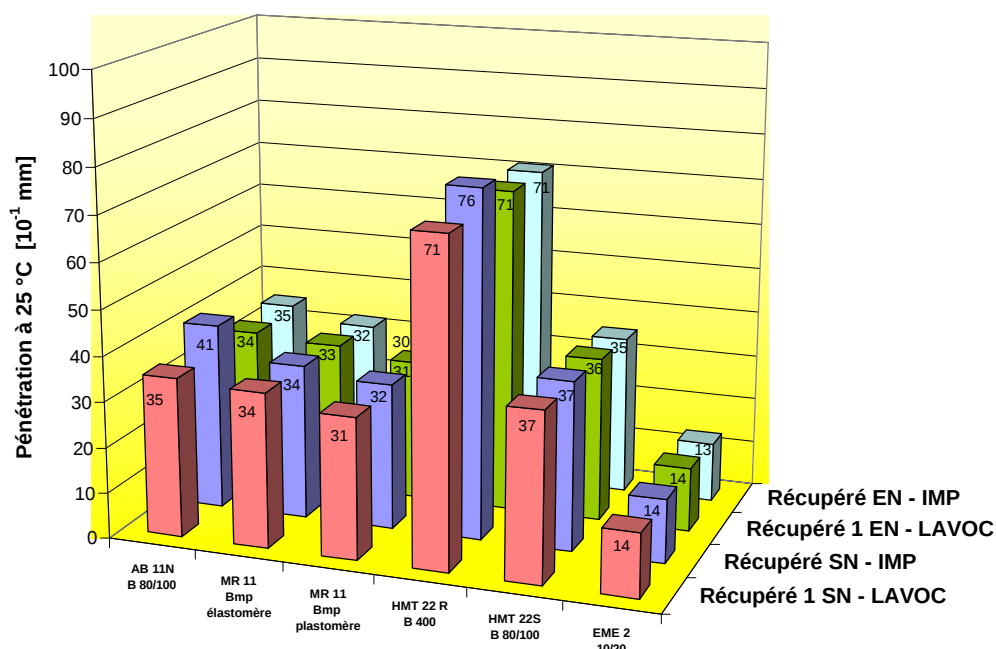


Figure 18 – Reproductibilité sur enrobés - Détermination de la pénétrabilité à l'aiguille à 25 °C
Abbildung 18 – Penetration nach Rückgewinnung gemäss SN bzw. EN; Vergleich der Labors LAVOC/IMP

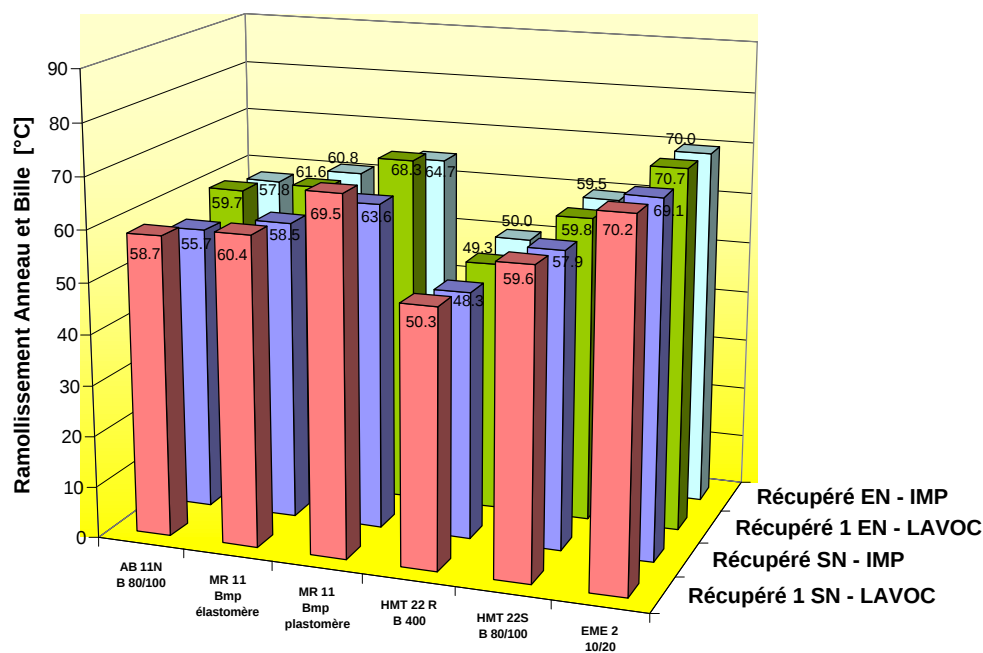


Figure 19 – Reproductibilité sur enrobés - Détermination du ramollissement Anneau et Bille
Abbildung 19 – EP RuK nach Rückgewinnung gemäss SN bzw. EN; Vergleich der Labors LAVOC/IMP

4.3 Vieillissement des enrobés stockés – Alterung des eingelagerten Mischgutes

Les enrobés utilisés lors de cette étude proviennent des 2 laboratoires participants. Ils ont été conservés dans des locaux de stockage, à température stable et à l'abri de la lumière. Ces matériaux ont déjà été analysés dans le cadre d'autres mandats de recherche et leur histoire thermique est connue.

Die verwendeten Mischgutproben stammten aus den beiden beteiligten Labors. Diese Proben wurden bei konstanten, relativ tiefen Temperaturen in einem dunklen Lagerraum aufbewahrt. Diese Proben wurden bereits im Rahmen anderer Aufträge untersucht; die thermische Belastung der Proben (Lagerung, Erwärmung etc.) ist bekannt.

Les résultats suivants montrent l'évolution du vieillissement du bitume contenu dans l'enrobé conservés dans des conditions de stockage optimales. Les résultats récapitulés concernent la méthode SN.

Die folgenden Untersuchungsergebnisse zeigen auf, dass sich die Bindemittleigenschaften auch bei optimalen Lagerungsbedingungen verändern.

	AB 11N B 80/100			MR 11 Bmp élastomère			MR 11 Bmp plastomère		
	Pen 25 °C [10 ⁻¹ mm]	A + B [°C]	IP [-]	Pen 25 °C [10 ⁻¹ mm]	A + B [°C]	IP [-]	Pen 25 °C [10 ⁻¹ mm]	A + B [°C]	IP [-]
Date de fabrication Herstellungsdatum	9.1998			10.1998			10.1998		
Récupéré après fabrication Rückgewonnen nach Herstellung	-	-	-	48	58.4	0.6	36	66.9	1.6
Récupéré en avril 2000 Rückgewonnen April 2000	40	56.7	-0.1	38	58.5	0.1	33	67.2	1.4
Récupéré en mars 2001 Rückgewonnen März 2001	35	58.7	0.0	34	60.4	0.2	31	69.5	1.6

	HMT 22 R B 400			HMT 22S B 80/100			EME 2 10/20		
	Pen 25 °C [10 ⁻¹ mm]	A + B [°C]	IP [-]	Pen 25 °C [10 ⁻¹ mm]	A + B [°C]	IP [-]	Pen 25 °C [10 ⁻¹ mm]	A + B [°C]	IP [-]
Date de fabrication Herstellungsdatum	10.1999			09.1997			09.1997		
Récupéré après fabrication Rückgewonnen nach Herstellung	-	-	-	61	54.1	0.3	17	64.6	-0.3
Récupéré en avril 2000 Rückgewonnen April 2000	82	48.8	-0.3	40	58.4	0.2	15	69.4	0.2
Récupéré en mars 2001 Rückgewonnen März 2001	71	50.3	-0.2	37	59.6	0.3	14	70.2	0.2

Tableau 12 – Vieillissement du liant récupéré des enrobés stockés - Synthèse des résultats
Tabelle 12 – Alterung der rückgewonnenen Bindemittel; Zusammenfassung der Ergebnisse

5. Conclusions et recommandations – Folgerungen und Empfehlungen

Les conditions d'essai préconisées par la norme EN 12697-3-October 2000 [6] présentent une **marge de manœuvre trop grande**.

Der **Spielraum** innerhalb der im Oktober 2000 publizierten Norm EN 12697-3 [6] ist **zu gross**.

Les paramètres non définis dans la norme EN sont :

- Choix du solvant non précisé "6.1 – Dichloromethane (methylene chloride) or other suitable solvent".
- Mode opératoire pas adapté aux divers solvants utilisables ; le mode opératoire qui est basé sur l'utilisation du dichlorométhane est appliqué à tous les solvants (sans prendre en considération les différences considérables du point d'ébullition de 110 °C pour le toluène et de 40 °C pour le dichlorométhane).
- Masse de bitume résiduel non définie.

Les paramètres imprécis sont :

- Passage à une température supérieure avec intervalle de temps non défini (115 à 150°C puis 150 à 175°C)
- Au point 7.3.12 de la EN "Gradually reduce the pressure in the apparatus to (1.3 ± 0.2) kPa over a period of 5 min". On constate que la tolérance n'est pas définie. Suite à l'expérience acquise, nous proposons de fixer un temps de transition à $2 \text{ min } 30 \pm 30 \text{ s}$.

On a pu démontrer que si les conditions d'essais sont parfaitement définies, on peut obtenir une **bonne concordance** autant en répétabilité qu'en reproductibilité. En sachant que l'histoire thermique a une incidence déterminante, les paramètres suivants ont été fixés :

- Harmonisation des conditions de réchauffage des échantillons primaires pour subdivisions en sous-échantillons, avec possibilité de réchauffage au moyen d'une étuve à circulation d'air forcée, consigne affichée 110°C et durée de réchauffage minimale ou four à micro-ondes avec cycles de réchauffage contrôlé de min en min jusqu'à 110°C.
- Réchauffage de l'échantillon d'enrobé soumis à la récupération à la température maximale de 100°C (étuve ou four micro-ondes), puis égrenage.
- Mise en solution dans le solvant (toluène ou dichlorométhane) avec procédure d'extraction à chaud ou à froid avec double centrifugation de la solution en fin d'essai (IMP a testé tous les échantillons à froid, le LAVOC à chaud).
- Harmonisation des procédures opératoires de caractérisation du liant récupéré.

Pour obtenir des résultats avec la norme EN, semblables à ceux obtenus avec la norme SN, **la masse du bitume résiduel doit être fixée à 150 g**.

Folgende Parameter sind in der EN nicht festgelegt:

- Die Wahl des Lösungsmittel ist frei; "Punkt 6.1 – Dichloromethane (methylene chloride) or other suitable solvent".
- Die Versuchsbedingungen sind den verschiedenen zugelassenen Lösungsmitteln nicht angepasst. Die Bedingungen wurden für Dichloromethan festgelegt und für die anderen Lösungsmittel übernommen (ohne Berücksichtigung der beträchtlichen Unterschiede in den Siedetemperaturen von 110°C für Dichloromethan und 40 °C für Toluol).
- Masse des verbleibenden Bindemittels

Parameter die zu wenig festgelegt sind:

- Beim Wechsel zu einer höheren Temperatur (115 / 150 und 150 / 175°C) ist nicht festgelegt, innerhalb welcher Zeit dies geschehen soll
- Beim Punkt 7.3.12 "Gradually reduce the pressure in the apparatus to (1.3 ± 0.2) kPa over a period of 5 min". ist die Toleranz der Zeitangabe nicht festgelegt. Aufgrund unserer Erfahrungen schlagen wir $2 \text{ Min. } \pm 30 \text{ s}$.

Es konnte aufgezeigt werden, dass sehr **gute Übereinstimmungen** zwischen den Labors erzielt werden, falls die Versuchsbedingungen präzise festgelegt werden. Unter Berücksichtigung der „thermischen Geschichte“ der Prüfkörper wurden folgende Parameter festgelegt:

- Harmonisierung der Aufwärm-Bedingungen für die Ausgangsbitumen zur Herstellung von Teilproben; Vorwärmen im Ofen mit Umluft bei 110°C und anschliessender Erhitzung im Mikrowellenofen, wobei die Temperatur nach jeder Verweildauer von einer Minute kontrolliert wurde.
- Vorwärmen der Mischgutprobe zur Bindemittelrückgewinnung auf 100°C (Ofen oder Mikrowelle) mit anschliessender Probeteilung.
- Auflösen in Toluol (oder Dichlormethan) mit anschliessender Kalt- oder Heissextraktion und doppelter Zentrifugation (IMP hat kalt extrahiert, LAVOC heiss).
- Harmonisierung der Prüfverfahren zur Bestimmung der Eigenschaften der Bindemittel

Um mit der Euronorm ähnliche Ergebnisse wie mit der Schweizernorm zu erhalten, ist **die Masse des verbleibenden Bindemittels auf 150 g zu beschränken**.

En considération des restrictions appliquées, on a pu établir qu'avec l'ancienne norme SN [4] on pouvait pratiquement obtenir les mêmes valeurs qu'avec le procédé EN [6]. A l'élaboration de l'annexe nationale à l'EN 12697-3 [6], il est nécessaire d'attirer l'attention sur la possibilité d'offrir une **méthode alternative pour l'EN, en admettant aussi l'ancienne méthode SN** qui est très performante. Naturellement le procédé EN sera considéré comme méthode recommandée.

Les conditions opératoires de la norme EN [6], note 2 point 7.3.20 (remarque 2), soulève le problème de la **pollution de l'huile de la pompe à vide** par les vapeurs de solvant. Une bonne amélioration du système de distillation peut être obtenue par refroidissement des vapeurs de solvant durant toute la phase de distillation ou par utilisation d'une trompe à eau ou d'une pompe supplémentaire connectée au système de vide uniquement lors de la 1^{ère} phase de distillation.

Sécurité de travail :

La température finale du bain d'huile est plus élevée qu'en début d'essai. Lors de la réalisation de plusieurs essais consécutifs, il est nécessaire de réduire cette température. La manipulation d'huile à la température de 175 °C pose un problème de sécurité.

En fixant une température unique adaptée à une masse définie selon SN [4] la sécurité est garantie, d'autre part l'efficacité est augmentée.

Problématique de l'essai de pénétration :

La norme EN en vigueur prescrit un temps de refroidissement des échantillons d'au minimum 60 min puis un temps équivalent de mise en température dans l'eau avant détermination de la pénétration. L'ancienne norme SN prescrivait des temps équivalant de refroidissement et de mise en température dans l'eau fixés chacun à 90 min au minimum. Ce temps de refroidissement est à contrôler. Au cours des essais préliminaires on a pu établir que pour un bitume B 80/100 de type semi-soufflé, ce temps d'attente était trop court. Les valeurs de pénétration ont évolué de manière significative en quelques heures, pour finalement se stabiliser. Pour cette raison il est recommandé de vérifier par un contrôle systématique la sensibilité des bitumes testés.

Unter Berücksichtigung der obigen Einschränkungen wurde festgestellt, dass mit der bisherigen SN-Norm [4] praktisch die gleichen Werte wie mit dem EN-Verfahren [6] erreicht werden können. Bei der Erarbeitung des nationalen Anhangs zur EN 12697-3 [6] ist darauf hinzuweisen, dass als **alternative Methode zur EN auch die bisherige SN-Methode zugelassen** sein kann. Selbstverständlich gilt das EN-Verfahren als Referenzmethode.

Die EN [6] weist im Punkt 7.3.20 (Bemerkung 2) darauf hin, dass das **Oel der Vakuumpumpe durch Lösungsmitteldämpfe verschmutzt** werden kann. Eine markante Verbesserung kann erreicht werden, indem die Lösungsmitteldämpfe während der Destillation gekühlt werden, oder indem eine zweite Vakuumpumpe (z.B. Wasserstrahlpumpe) während der ersten Phase Rückgewinnung vorgelagert wird.

Arbeitssicherheit:

Die Oelbad-Temperatur liegt am Ende des Versuches höher als zu Beginn. Bei der Durchführung mehrerer, hintereinanderfolgender Versuche muss die Temperatur abgesenkt werden. Das Hantieren mit 175-gradigem Oel stellt ein Problem hinsichtlich der Arbeitssicherheit dar.

Indem eine auf die Bindemittelmenge angepasste, einzige Temperatur gem. SN [4] festgelegt wird, ist die Arbeitssicherheit gewährleistet und zudem die Effizienz der Arbeit gesteigert.

Offene Fragen zur Bestimmung der Penetration:

Die geltende EN sowie die bisherige SN schreiben bei der Bestimmung der Penetration eine Abkühl-dauer von mindestens 60 Min. , sowie eine gleich lange Wasserlagerung vor, bevor die Penetration bestimmt wird. Die alte SN-Norm schrieb entsprechende Zeiten von je 90 Min. vor.

Diese Abkühl-dauer, definiert als Zeitraum zwischen dem Giessen der Penetrationsschalen sowie der Bestimmung der Penetration, ist zu überprüfen. Im Verlaufe der Untersuchung wurde festgestellt, dass bei einem Bitumen B 80/100 diese Abkühl-dauer zu kurz war. Die Penetrationswerte haben sich auch nach Ablauf dieser 60 Minuten weiter verändert. Es wird daher eine systematische und umfassende Überprüfung dieses Sachverhaltes angeregt.

6. Bibliographie - Literaturverzeichnis

- [1] FA 7/75 n° ---Dezember 1976 - Rückgewinnung von Bindemittel aus bituminösen Belägen, 1. Teil
- [2] FA 7/77 n° 154-Dezember 1987 - Rückgewinnung von Bindemittel aus bituminösen Belägen zu Prüfzwecken, 2. Teil
- [3] FA 16/88 n° 206-Mars 1991 - "Récupération du liant dans les mélanges bitumineux – Essai croisé"
- [4] SN 671 860-Novembre 1992 - Liants bitumineux, prescriptions d'essai – Récupération du liant résiduel provenant d'extractions
- [5] PrEN 12697-3 Mars 1998 - Mélanges bitumineux – Essais pour enrobés à chaud – Extraction des bitumes à l'évaporateur rotatif
- [6] EN 12697-3-Octobre 2000 - Mélanges bitumineux – Essais pour enrobés à chaud – Extraction des bitumes à l'évaporateur rotatif
- [7] SN 671740 "Bitumes et liants bitumineux – Détermination de la pénétration" – "Bitumen und bituminöse Bindemittel – Bestimmung der Penetration
- [8] SN 671743 "Bitumes et liants bitumineux – Détermination du point de ramollissement Anneau et Bille" – "Bitumen und bituminöse Bindemittel – Bestimmung des Erweichungspunktes Ring und Kugel"
- [9] SN 671755 "Bitumes et liants bitumineux – Détermination du point de rupture selon Fraass" – "Bitumen und bituminöse Bindemittel – Bestimmung der Brechpunktes nach Fraass"
- [10] EN 12593-Novembre 1999 - "Bitumes et liants bitumineux – Détermination du point de rupture selon Fraass"

7. Annexes – Anhang

7.1 Norme SN 671 860 novembre 1992



Vereinigung Schweizerischer Strassenfachleute
Union des professionnels suisses de la route
Unione dei professionisti svizzeri della strada

Schweizer Norm
Norme Suisse
Norma Svizzera



671 860

EINGETRAGENE NORM DER SCHWEIZERISCHEN NORMEN-VEREINIGUNG

SNV

NORME ENREGISTRÉE DE L'ASSOCIATION SUISSE DE NORMALISATION

Bituminöse Bindemittel, Prüfvorschriften

Rückgewinnung aus Extraktionslösungen

A. Allgemeines

1. Anwendungsbereich

Diese Norm gilt für Extraktionslösungen, die Bitumen als Bindemittel enthalten.

Sie ist anwendbar für Extraktionslösungen, gewonnen aus Asphaltbeton und bituminösem Mischgut.

Diese Norm ist nicht ohne weiteres anwendbar für polymermodifizierte Asphalte, teerhaltige Produkte, Abdichtungsmaterialien und Naturasphalte.

2. Gegenstand

Die Norm beschreibt das Verfahren, das bituminöse Bindemittel aus einer feststofffreien Extraktionslösung gemäss [1] zurückzugewinnen.

3. Zweck

Gewinnen eines Bindemittels, dessen Eigenschaften denen des Bindemittels vor der Extraktion entsprechen. Aus der Analyse des rückgewonnenen Bindemittels allein können keine Rückschlüsse auf die Eigenschaften des ursprünglich verwendeten Bindemittels gezogen werden.

4. Begriffe

- Lösung:
Extraktionslösung mit bituminösem Bindemittel
- Vakuumdestillation:
Destillation unter vermindertem Druck
- Rotations- oder Dünnschichtverdampfung:
Verdampfung im rotierenden Kolben aus einer dünnen Schicht

Liants bitumineux, prescriptions d'essai

Récupération du liant résiduel de solutions provenant d'extractions

A. Généralités

1. Domaine d'application

Cette norme est valable pour des solutions d'extraction contenant des liants bitumineux.

Elle s'applique aux solutions d'extraction issues de béton bitumineux et de matériaux enrobés.

Cette norme n'est pas applicable sans réserve aux asphaltes modifiés aux polymères, aux produits contenant du goudron, aux matériaux d'étanchéité, ainsi qu'aux matériaux contenant des asphaltes naturels.

2. Objet

Cette norme décrit le procédé de récupération du liant bitumineux d'une solution d'extraction exempte de matière solide, obtenue selon [1].

3. But

Obtenir un liant bitumineux dont les propriétés soient celles du liant avant l'extraction.

Sur la base de la seule analyse du liant récupéré, il ne peut pas être tiré de conclusions quant aux propriétés du liant d'origine.

4. Définitions

- solution:
solution d'extraction avec liant bitumineux
- distillation sous vide:
distillation sous pression réduite
- évaporation par rotation ou évaporation en couche mince:
évaporation d'une couche mince dans un ballon en rotation

Herausgeber:
Vereinigung Schweizerischer Strassenfachleute (VSS)
Seefeldstrasse 9, 8008 Zürich
Bearbeitung: VSS-Kommission 271, Baustofftechnologie
Genehmigt: November 1992

Editeur:
Union des professionnels suisses de la route (VSS)
Seefeldstrasse 9, 8008 Zurich
Elaboration: Commission VSS 271, Technologie des matériaux
Adoptée: novembre 1992

© 1992 by VSS Zurich

B. Grundsätze

5. Anforderungen an die Lösung

Durch Extraktion ist eine möglichst feststofffreie Lösung gemäss [1] herzustellen.
Als Lösemittel wird Toluol verwendet. Die Masse an Bitumen in der Lösung ist einzuhalten.
Die bituminöse Lösung darf nicht dem Sonnenlicht ausgesetzt werden.
Die hergestellte Lösung muss gleichentags verarbeitet werden.

6. Trennverfahren

Das Lösemittel wird durch kontrollierte Vakuumdestillation abgetrennt.

7. Verfahrensparameter

- Destillationsdauer
- Destillationstemperatur
- Enddruck bei der Destillation
- Rotationsgeschwindigkeit

Diese Parameter beeinflussen wesentlich das Ergebnis der Vakuumdestillation und sind deshalb genau einzuhalten.

C. Geräte

8. Apparatur

Abbildung 1

9. Funktionskontrolle

- Durch regelmässige Prüfung ist sicherzustellen, dass:
- die Apparatur im erforderlichen Vakuumbereich dicht ist,
 - das Ölbad auf $145 \pm 1^\circ\text{C}$ geregelt werden kann,
 - die Drehzahl auf 60 ± 5 U/min eingehalten werden kann.

10. Toluol

Für die Extraktion des Bindemittels darf nur die Qualität «purum» oder «chemisch rein» verwendet werden. Ein durch Destillation wiedergewonnenes Lösemittel darf nicht eingesetzt werden.

Kenndaten von Toluol

- Siedepunkt $110,6^\circ\text{C}$
- Dampfdichte 3,2 (Luft = 1)
- Flammpunkt $4,0^\circ\text{C}$
- Explosionsgrenzen
Toluol in Luft 1,27 ... 7,0 Vol.-%
- Gefahrenklasse A
- MAK-Wert 100 ppm
- Giftklasse 4

B. Principes

5. Exigences quant à la solution

Par extraction selon [1] on doit obtenir une solution exempte de matière solide.
Le solvant doit être du toluène. La masse de bitume dans la solution est à respecter.
La solution bitumineuse ne doit pas être exposée au soleil.
La solution obtenue doit être utilisée le jour même.

6. Procédé de séparation

Le solvant est séparé de la solution par une distillation sous vide contrôlée.

7. Paramètres du procédé

- durée de distillation
- température de distillation
- pression finale lors de la distillation
- vitesse de rotation

Ces paramètres influencent de façon significative le résultat de la distillation sous vide. De ce fait, ils doivent être respectés de manière précise.

C. Appareils

8. Appareillage

Figure 1

9. Contrôle du fonctionnement

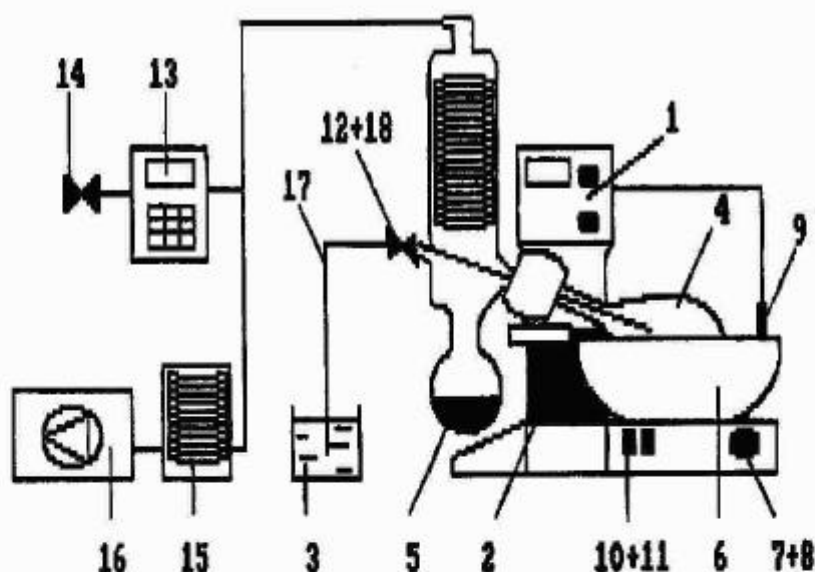
- Par des contrôles réguliers, il s'agit de s'assurer que:
- l'appareillage est étanche dans la marge de vide nécessaire,
 - la régulation thermique du bain d'huile s'opère à $145 \pm 1^\circ\text{C}$,
 - la vitesse de rotation du ballon puisse être maintenue à 60 ± 5 tr/min.

10. Toluène

Pour l'extraction du liant on n'utilisera que du toluène de qualité «purum» ou «chimiquement pur». Un solvant récupéré par distillation ne peut pas être utilisé.

Données spécifiques du toluène

- point d'ébullition $110,6^\circ\text{C}$
- densité de vapeur 3,2 (air = 1)
- point d'inflammation $4,0^\circ\text{C}$
- seuil d'explosion de mélanges
toluène/air 1,27 ... 7,0 vol.-%
- classe de transport A
- valeur MAK 100 ppm
- classe de toxicité 4



- 1 Rotationsverdampfer
- 2 Stativ
- 3 Extraktionslösung
- 4 Rotationskolben 1000 ml (Birnenform)
- 5 Auffangkolben (rund)
- 6 Ölbad mit Temperaturregelung
- 7 Temperaturregelgerät
- 8 Temperaturregelgerät PTR
- 9 Temperatursonde, 2 Positionen
- 10 Temperaturabnehmer
- 11 Thermostat
- 12 Belüftungshahn
- 13 Manometer
- 14 Druckregler
- 15 Kühlfalle
- 16 Vakuumpumpe
- 17 Ansaugschlauch
- 18 Hahn Bindemittelösung

Schema des Destillationsgerätes
Abb. 1

D. Durchführung

11. Allgemeines

Die Anwendung der Norm ist abgestimmt auf eine Masse von rückgewonnenem Bindemittel zwischen 120...150 g.

Der Gehalt an Bindemittel in der Lösung muss somit bekannt sein, damit die benötigte Menge, wie oben angegeben, erreicht wird.

Der Versuch wird in zwei Phasen durchgeführt:

- grobes Abdestillieren des Lösemittels unter leichtem Vakuum
- Endphase der Destillation

- 1 Evaporateur rotatif
- 2 Support
- 3 Solution d'extraction
- 4 Ballon rotatif 1000 ml (forme poire)
- 5 Ballon récepteur (rond)
- 6 Bain d'huile réglable en température
- 7 Appareil régulateur de la température
- 8 Appareil régulateur de la température PTR
- 9 Sonde de température, 2 positions
- 10 Capteur de température
- 11 Thermostat
- 12 Robinet égalisateur de pression
- 13 Manomètre
- 14 Régulateur de pression
- 15 Piège à solvant
- 16 Pompe à vide
- 17 Tuyau d'aspiration
- 18 Robinet d'aspiration de la solution de bitume

Schéma de l'appareil de distillation
Fig. 1

D. Exécution

11. Généralités

L'application de la norme est basée sur la récupération d'une masse de bitume résiduelle située entre 120...150 g.

Par conséquent, la teneur en liant dans la solution doit être connue afin d'obtenir la quantité nécessaire indiquée ci-dessus.

L'exécution de l'essai comprend deux phases:

- distillation grossière du solvant sous vide léger
- phase finale de la distillation

12. Vorbereiten der Lösung

Die Extraktion des Bindemittels wird gemäss [1] durchgeführt, wobei kalt oder warm extrahiert werden kann. Die bitumenhaltige Lösung wird durch Zentrifugation vom unlöslichen Feststoff getrennt.

13. Manuelles Verfahren

a) Phase 1: Grobes Abdestillieren des Lösemittels

- Ölbad auf $145 \pm 1^\circ\text{C}$ einregulieren
- Kühlwasser anstellen
- Ansaugschlauch (Abb. 1, Ziff. 17) in die Bitumenlösung eintauchen
- durch Anlegen eines leichten Vakuums ca. 500 ml der Lösung in den Rotationskolben einsaugen
- Kolben mit 60 U/min rotieren lassen
- Druck schrittweise auf 400...500 mbar absenken
- um Siedeverzüge zu vermeiden, wird der Rotationskolben nur leicht in das Ölbad eingetaucht
- Destillationsgeschwindigkeit: 40...50 ml Destillat/min
- durch kontrolliertes Öffnen des Hahns (Abb. 1, Ziff. 18) wird kontinuierlich so viel Bindemittellösung in den Kolben gesaugt, wie abdestilliert wird
- ist die gesamte Menge Bindemittellösung im Rotationskolben, so wird der Hahn geschlossen und so lange weiterdestilliert, bis an der Bindemitteloberfläche nur noch wenig Blasen entstehen und am Kühler tropfenweise Destillat abfällt

b) Endphase der Destillation

- um die Restmenge an Lösemittel abzudestillieren, wird der Kolben bis zur Hälfte in das Ölbad eingetaucht
- innert 2 Minuten wird der Druck kontinuierlich auf $19 \pm 1,0$ mbar reduziert
- ab diesem Zeitpunkt werden diese Bedingungen während 20 Minuten ± 30 Sekunden eingehalten
- die Apparatur wird nun wieder belüftet, die Rotation eingestellt und mittels Hebevorrichtung der Kolben aus dem Bad gehoben und vom Öl gereinigt
- das rückgewonnene Bindemittel wird sofort in die zur weiteren Untersuchung vorbereiteten Formen und Gefässe eingefüllt

14. Automatisches Verfahren

Automatische Geräte sind zulässig. Diese müssen jedoch die gleichen Bedingungen wie das manuelle Verfahren erfüllen.

Für die Einstellung der geforderten Parameter am automatischen Gerät sind die Anweisungen des Geräteherstellers zu beachten.

12. Préparation de la solution

L'extraction du liant sera effectuée selon [1] à chaud comme à froid.

La solution bitumineuse sera séparée des matières solides non solubles par centrifugation.

13. Procédé manuel

a) Phase 1: Distillation grossière du solvant

- régler la température du bain d'huile sur $145 \pm 1^\circ\text{C}$
- faire circuler l'eau de refroidissement
- plonger le tuyau d'aspiration (fig. 1, ch. 17) dans la solution bitumineuse
- introduire par succion sous vide léger environ 500 ml de solution dans le ballon rotatif
- mettre en rotation le ballon à raison de 60 tr/min
- réduire progressivement la pression jusqu'à 400...500 mbar
- pour éviter toute ébullition excessive, ne plonger que légèrement le ballon rotatif dans le bain d'huile
- vitesse de distillation: 40...50 ml de distillat/min
- par l'ouverture contrôlée du robinet (fig. 1, ch. 18), aspirer continuellement dans le ballon autant de solution de bitume qu'il s'en est distillée
- lorsque toute la quantité de solution de bitume est introduite dans le ballon rotatif, le robinet sera fermé et la distillation poursuivie jusqu'à ce qu'il ne se produise que peu de bulles à la surface du liant et que dans le condenseur le distillat tombe goutte-à-goutte

b) Phase finale de la distillation

- afin de procéder à l'élimination du solvant résiduel plonger le ballon jusqu'à mi-hauteur dans le bain d'huile
- réduire progressivement la pression durant 2 minutes à $19 \pm 1,0$ mbar
- dès cet instant, maintenir ces conditions pendant 20 minutes ± 30 secondes
- ensuite, rétablir la pression atmosphérique, arrêter la rotation et retirer le ballon du bain d'huile en l'essuyant
- verser immédiatement le liant récupéré dans des moules et des récipients destinés à des essais ultérieurs

14. Procédé automatique

Les appareils à régulation automatique sont autorisés. Ceux-ci doivent cependant remplir les mêmes conditions que celles du procédé manuel.

Pour le réglage de l'appareil automatique selon les paramètres exigés, il convient de se référer aux instructions du fabricant.

E. Literaturverzeichnis

- [1] SN 671 955 Bestimmen des löslichen Bindemittelanteils
- [2] Rückgewinnung von Bindemittel aus bituminösen Belägen zu Prüfzwecken, Dr. E. Fetz und C. Grimm, Pratteln, Forschungsbericht Nr. 154 vom Dezember 1987
- [3] Rückgewinnung von Bindemittel aus bituminösen Belägen; Ringversuch, A. G. Dumont und C. Rohr, Lausanne, Forschungsbericht Nr. 206 vom März 1991

E. Bibliographie

- [1] SN 671 955 Détermination de la teneur en liant soluble
- [2] Récupération des liants dans les enrobés bitumineux, Dr. E. Fetz et C. Grimm, Pratteln, rapport de recherche no 154 de décembre 1987
- [3] Récupération du liant dans les mélanges bitumineux; essai croisé, A. G. Dumont et C. Rohr, Lausanne, rapport de recherche no 206 de mars 1991

7.2 Extraits norme EN 12696-3 octobre 2000

(en vigueur lors de la présente recherche mais actuellement déjà en révision)
(Gültig während der Laufenden Forschung jedoch zur Zeit bereits in Revision)

prEN 12697-36, *Bituminous mixtures - Test methods for hot mix asphalt - Part 36: Method for the determination of the thickness of a bituminous pavement*

prEN 12697-37, *Bituminous mixtures - Test methods for hot mix asphalt - Part 37: Hot sand test for the adhesivity of binder on precoated chippings for HRA*

prEN 12697-38, *Common equipment and calibration*

The applicability of this European Standard is described in the product standards for bituminous mixtures.

No existing European Standard is superseded.

WARNING The method described in this European Standard may require the use of dichloromethane (methylene chloride). This solvent is hazardous to health and is subject to occupational exposure limits as described in relevant legislation and regulations.

Exposure levels are related to both handling procedures and ventilation provision and it is emphasised that adequate training should be given to staff employed in the use of this substances.

According to the CEN/CENELEC Internal Regulations, the national standards organizations of the following countries are bound to implement this European Standard: Austria, Belgium, Czech Republic, Denmark, Finland, France, Germany, Greece, Iceland, Ireland, Italy, Luxembourg, Netherlands, Norway, Portugal, Spain, Sweden, Switzerland and the United Kingdom.

1 Scope

This European Standard describes a test method for the recovery of soluble bitumen from bituminous pavement materials in a form suitable for further testing. The procedure is only suitable for the recovery of paving grade bitumens.

2 Normative references

This European Standard incorporates by dated or undated reference, provisions from other publications. These normative references are cited at the appropriate places in the text and the publications are listed hereafter. For dated references, subsequent amendments to or revisions of any of these publications apply to this European Standard only when incorporated in it by amendment or revision. For undated references the latest edition of the publication referred to applies (including amendments).

EN 12594, *Bitumen and bituminous binders – Preparation of test samples*.

EN 12697-1:2000, *Bituminous mixtures – Test methods for hot mix asphalt – Part 1: Soluble binder content*.

ISO 4259: 1992, *Petroleum products – Determination and application of precision data in relation to methods of test*.

Page 6
EN 12697-3:2000

3 Terms and definitions

For the purposes of this European Standard, the terms and definitions given in EN 12697-1:2000 and the following apply:

3.1

soluble binder content

percentage by mass of extractable binder in an anhydrous sample determined by extracting the binder from the sample

NOTE Extraction may be followed by binder recovery.

3.2

insoluble binder content

percentage by mass of binder that adheres to the aggregate particles after extraction

3.3

precision

closeness of agreement between independent test results obtained under stipulated conditions

NOTE 1 Precision depends only on the distribution of random errors and does not relate to the true value or the specified value.

NOTE 2 The measure of precision is usually expressed in terms of imprecision and computed as a standard deviation of the test results. Less precision is indicated by a larger standard deviation.

NOTE 3 "Independent test results" means results obtained in a manner not influenced by any previous result on the same or similar test sample. Quantitative measures of precision depend critically on the stipulated conditions. Repeatability and reproducibility conditions are particular sets of extreme conditions.

3.4

repeatability

precision under repeatability conditions

3.5

repeatability conditions

conditions in which independent test results are obtained with the same method on identical test items in the same laboratory by the same operator using the same equipment within short intervals of time

3.6

repeatability limit

value less than or equal to which the absolute difference between two test results obtained under repeatability conditions may be expected to be with a probability of 95 %

NOTE The symbol used for repeatability limit is r .

3.7
reproducibility
precision under reproducibility conditions

3.8
reproducibility conditions
conditions in which test results are obtained with the same method on identical test items in different laboratories with different operators using different equipment

3.9
reproducibility limit
value less than or equal to which the absolute difference between two test results obtained under reproducibility conditions may be expected to be with a probability of 95 %

NOTE The symbol used for reproducibility limit is *R*.

3.10
single test result
value obtained by applying the standard test method fully, once to a single specimen may be the mean of two or more observations or the result of a calculation from a set of observations as specified by the standard test method

4 Principle

The bitumen is separated from the sample by dissolving in dichloromethane (or other suitable solvent). After removal of undissolved solids from the bitumen solution, the bitumen is recovered from it by vacuum distillation using a rotary evaporator. The bitumen is in solution for less than 24 h.

5 Apparatus

5.1 Apparatus for the extraction of the soluble bitumen

5.2 Apparatus for the clarification of the bitumen solution

NOTE 1 For clarification of the bitumen solution, a sample tube centrifuge, a continuous centrifuge or a filtration system may be used.

NOTE 2 Centrifuges are suitable for separation of solids from any bitumen solutions and are the recommended apparatus for use with this method. The filtration apparatus may not be suitable for the separation of solids from all types of bituminous solutions but it has been included in this method because of the general availability of this equipment in asphalt testing laboratories. If difficulties are experienced using a pressure filter the centrifuge technique should be used.

5.2.1
Sample tube centrifuge, capable of developing an acceleration of at least $15\,000\text{ m/s}^2$ in accordance with the formula:

Page 8
EN 12697-3:2000

$$a = 1,097 \times n^2 \times r \times 10^{-5} \quad (1)$$

where

- a is the acceleration, expressed in metres per squared second (m/s^2);
- n is the number of revolutions, expressed as revolutions per minute (r/min);
- r is the radius to the bottom of the tubes (internal) when rotating, expressed in millimetres (mm).

The centrifuge tubes shall be fitted with effective closures.

NOTE 1 A typical centrifuge of this type, suitable for this method, carries four or six tubes of 200 ml or 500 ml capacity rotating at 3 000 r/min at a radius (as defined above) of 250 mm.

NOTE 2 It is strongly recommended that the speed of rotation should be regularly calibrated to ensure that the centrifuge maintains its performance at all time. The centrifuge should be maintained in accordance with this European Standard.

5.2.2

Continuous laboratory centrifuge, taking a continuous feed of material and giving a continuous discharge of solution and also capable of achieving an acceleration of 25 000 m/s^2 .

5.2.3

Pressure filter, of appropriate size.

5.2.4

Air pump, for supplying oil-free air at about 200 kPa.

5.2.5

Supply of filter papers with a minimum retention size of 11 μm , to fit the pressure filter.

NOTE A pressure filter taking a paper of 270 mm diameter is suitable.

5.3 Distillation apparatus

NOTE The distillation apparatus, a typical rotary evaporator, is shown in Figure 1.

5.3.1

Rotary evaporator, incorporating a rotating evaporating flask which can be operated under vacuum.

NOTE Some models have an inclined condenser as shown in Figure 1, but other models using vertical condensers may be used.

The apparatus shall:

- a) accept a 1 l capacity evaporating flask;
- b) have a drive motor and speed control capable of rotating the evaporating flask at $(75 \pm 15) \text{ r/min}$;
- c) be capable of operating at 1,3 kPa pressure;

d) have an evaporation capacity of dichloromethane (or other suitable solvent) at a bath temperature of 120 °C of at least 1,5 l/h when the flask is rotated at 75 r/min.

5.3.2

A 1 l evaporating flask, pressure resistant, capable of heat-resistant glass fitted with a ground-glass joint.

5.3.3

Oil bath for 1 l evaporating flask, capable of raising the temperature of the oil to 175 °C.

NOTE A high temperature silicone oil is recommended because many other oils may be irreversibly damaged above 150 °C.

5.3.4

Vacuum pump, capable of reducing the absolute pressure in a leak-proof system to 1,3 kPa.

NOTE An oil sealed vacuum pump, running in the gas ballast mode may be convenient.

5.3.5

Two pressure gauges, capable of indicating the level of reduced pressure in the distillation apparatus; one with an absolute range from 0 kPa to 100 kPa with an accuracy of ± 5 kPa 0 mbar to (1000 $\pm$ 50) mbar and one with an absolute range from 0 kPa to 5 kPa with an accuracy of $\pm 0,1$ kPa 0 mbar to (50 $\pm$ 1,0) mbar.

NOTE Alternatively, a single gauge covering both required ranges with the specified accuracy may be used.

5.3.6

Thermometer, capable of monitoring the temperature range 100 °C to 200 °C to an accuracy of $\pm 0,5$ °C.

5.3.7

A glass container, e.g. a flat-bottomed flask or Winchester bottle, of 2 l or 3 l capacity.

6 Solvent and other materials

6.1

Dichloromethane (methylene chloride) or other suitable solvent.

6.2

Petroleum jelly or glycerol, to seal glass joints.

6.3

Silica gel, passing a 63 μ m sieve.

Page 10
EN 12697-3:2000

7 Procedure

7.1 Extraction of the bitumen and removal of insoluble matter

7.1.1

Place a sample of the bituminous mixture large enough to provide sufficient bitumen for performing binder test(s) in a suitable container and add about 1500 ml of dichloromethane (or other suitable solvent) and sufficient silica gel to absorb any water present in the sample. Agitate the contents of the container until the mineral aggregate is clean and all the soluble bitumen has visibly dissolved.

7.1.2

Allow the bitumen solution to stand for a minimum of 10 min, using either method a) or b) as follows: decant the bitumen solution through a 63 μm sieve. Remove any remaining insoluble material.

a) Separation by centrifuging

Centrifuging the bitumen solution at an acceleration of at least 15 m/s^2 for (20 ± 5) min if using a sample tube centrifuge or by passing the solution through a continuous centrifuge. If a continuous centrifuge is used the minimum acceleration shall be 25 m/s^2 and the rate of discharge shall not exceed 150 ml/min.

b) Separation by filtration

Fit the pressure filter with filter paper. Pass the bitumen solution through the filter paper under pressure not exceeding 200 kPa. Filter aids shall not be used.

NOTE 1 If difficulties are experienced in filtering the bitumen solution, the centrifuge technique should be used.

NOTE 2 The ash content test in EN 12697-1:2000, C.2, should be carried out occasionally on recovered bitumens to ensure that excessive mineral matter is not present.

7.1.3

During separation of solids from bitumen solution make every effort to prevent any moisture from entering the bitumen solution. Pay particular attention to reducing any evaporation of the dichloromethane (or other suitable solvent) to a minimum, thereby limiting the risk of condensation forming.

7.1.4

Transfer the bitumen solution to a glass container and store it in the dark until the beginning of the bitumen recovery distillation.

7.2 Assembling and checking the apparatus for air leaks

7.2.1

Assemble the apparatus as shown in Figure 1, using the minimum amount of petroleum jelly or glycerol to lubricate and seal the glass joints.

7.2.2

Attach clips to retain the evaporating and receiving flasks.

7.2.3

With the induction stopcock closed, reduce the pressure in the apparatus to $(1,3 \pm 0,2)$ kPa. Isolate the apparatus from the vacuum system and check that the pressure in the apparatus remains within the above limits for a minimum of 2 min.

7.3 Distillation procedure

7.3.1

Pass cold water through the condenser.

7.3.2

Rotate the evaporating flask at (75 ± 15) r/min and lower it into the oil bath.

7.3.3

Raise the temperature of the oil bath to (115 ± 5) °C.

7.3.4

Reduce the pressure in the apparatus to (85 ± 5) kPa.

7.3.5

Open the induction stopcock and allow the bitumen solution to be drawn from the glass container into the evaporating flask. Adjust the rate of flow of the solution into the flask by means of the stopcock, so that it is approximately equal to the rate at which distillate is flowing into the receiving flask.

7.3.6

Ensure that the volume of the bitumen solution in the evaporating flask does not exceed 400 ml or that the pressure falls below 80 kPa.

7.3.7

If moisture is seen on the surface of the bitumen solution, take care to prevent this being drawn into the evaporating flask by positioning the inlet of the induction tube as close as possible to the bottom of the container and stopping the flow, before any globules of water are drawn up the tube. The last 20 ml to 30 ml of the bitumen solution may need to be left in the containers.

7.3.8

Empty the receiving flask as necessary.

7.3.9

When all the bitumen solution has been transferred into the evaporating flask, raise the temperature of the oil bath to (150 ± 2) °C, then isolate the vacuum pump and allow the pressure to rise slowly to atmospheric.

NOTE This is best achieved by use of an auxiliary valve in the air line (see Figure 1) to ensure that a jet of air is not directed onto the surface of the hot bitumen.

7.3.10

Continue distillation until the evaporation of solvent is complete and the bubbling of the bitumen in the evaporating flask is finished.

NOTE This is best observed by momentarily stopping the rotation of the evaporating flask.

Page 12
EN 12697-3:2000

7.3.11

Empty the distilled solvent out of the receiving flask.

7.3.12

Gradually reduce the pressure in the apparatus to $(1,3 \pm 0,2)$ kPa over a period of 5 min.

7.3.13

Maintain the temperature and pressure at $(150 \pm 1) ^\circ \text{C}$ and $(1,3 \pm 0,2)$ kPa.

7.3.14

If the bitumen is still bubbling after 10 min, which may be the case with some very hard bitumens, maintain the pressure of $(1,3 \pm 0,2)$ kPa and raise the temperature to $(175 \pm 1) ^\circ \text{C}$. Maintain this temperature until all bubbling has ceased.

7.3.15

If this higher temperature is used, bring the bath to this temperature as quickly as possible. When reporting results obtained on bitumens recovered at this higher temperature, record the time required to raise the temperature to $175 ^\circ \text{C}$ together with the total time the flask was at this temperature.

7.3.16

When bubbling ceases maintain the conditions of temperature and pressure specified in 7.3.13 or 7.3.14 for a further 10 min.

7.3.17

Stop the rotation of the flask and allow the pressure inside the apparatus to rise slowly to atmospheric pressure.

NOTE This is best achieved by use of an auxiliary valve in the air line (see Figure 1) to ensure that a jet of air is not forcefully directed onto the surface of the hot bitumen.

7.3.18

Raise the evaporating flask clear of the bath and wipe the outside clean.

7.3.19

Remove the evaporating flask from the apparatus. Quickly wipe the flask and the inside of the flask's neck with a clean tissue and pour the contents into a suitable container. Cover the container with a loosely fitting lid.

NOTE It will often be more convenient to allow the flask to cool to a suitable temperature and then prepare the bitumen test sample as required in clause 8.

7.3.20

In order to avoid the possibility of significant hardening of the bitumen by the dichloromethane (or other suitable solvent), complete the total procedure (i.e. extraction and recovery) within 24 h.

NOTE 1 The distillation procedure should not take longer than 2 h.

NOTE 2 It is advisable to keep the vacuum pump running for about 30 min after completion of the recovery to ensure the removal of any dichloromethane (or other suitable solvent) vapour from the oil.

8 Preparation of the bitumen for testing

Prepare samples of bitumen in accordance with EN 12594.

9 Test report

9.1

The test report shall include details of the solvent used (including dichloromethane) and shall state that recovery of the soluble bitumen was carried out in accordance with this European Standard.

9.2

If a temperature higher than 150 °C was used for the evaporation this shall also be reported, together with the times (see 7.3.15).

10 Precision

10.1

This method does not produce a result and has no precision. The precision of test methods for penetration and softening point applied to the recovered bitumen is as shown in Table 1.

Table 1 - Precision values

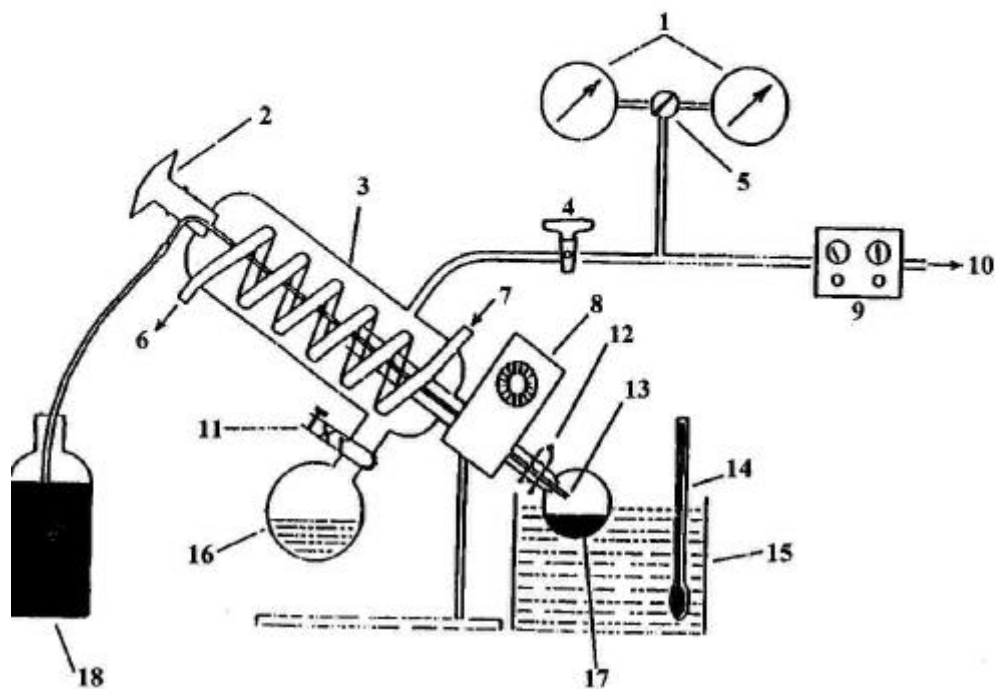
Method	Repeatability	Reproducibility
Penetration 0,1 mm	0,010 x	0,027 x
Softening point °C	1,9	3,4
NOTE x is the average of results being compared		

NOTE The precision exercise was carried out using the test procedures described in EN 1426 and EN 1427.

10.2

These precision values, as defined in ISO 4259: 1992, have been obtained by a statistical examination of inter-laboratory results from 10 laboratories each examining four bituminous samples having original bitumen penetrations in the range from 50 to 200 penetration units.

Page 14
EN 12697-3:2000



Key

- 1 Vacuum gauge
- 2 Induction stopcock
- 3 Condenser
- 4 Auxiliary air inlet
- 5 Change-over valve
- 6 Water outlet
- 7 Water inlet
- 8 Rotary drive motor
- 9 Vacuum regulator
- 10 To vacuum pump
- 11 Screw clip
- 12 Spring clip
- 13 Delivery tube (End approximately 1/3 of way into flask)
- 14 Thermometer
- 15 Oil bath
- 16 Receiving flask
- 17 Rotating evaporating flask
- 18 Bitumen solution

Figure 1— A typical rotary evaporator

Page 15
EN 12697-3:2000

Bibliography

EN 1426, *Bitumen and bituminous binders – Determination of needle penetration.*

EN 1427, *Bitumen and bituminous binders – Determination of softening point – Ring and ball method.*