ICS: 75.140 ; 91.100.50

norme belge enregistrée

NBN EN 12592

2e éd., août 2007

Indice de classement: T 54

Bitumes et liants bitumineux - Détermination de la solubilité

Bitumen en bitumineuze bindmiddelen - Bepaling van de oplosbaarheid

Bitumen and bituminous binders - Determination of solubility

Autorisation de publication: 19 juin 2007

Remplace NBN EN 12592 (2000).

La présente norme européenne EN 12592:2007 a le statut d'une norme belge.

La présente norme européenne existe en trois versions officielles (allemand, anglais, français).

standards for .be

Bureau de Normalisation - Avenue de la Brabançonne 29 - 1000 Bruxelles - Belgique
Tél: +32 2 738 01 12 - Fax: +32 2 733 42 64 - E-mail: info@nbn.be - NBN Online: www.nbn.be
Banque 000-3255621-10 IBAN BE41 0003 2556 2110 BIC BPOT BEB1 TVA: BE 0880.857.592

© NBN 2007

Prix: groupe 11

ICS: 75.140 ; 91.100.50

Geregistreerde Belgische norm

NBN EN 12592

2e uitg., augustus 2007

Normklasse: T 54

Bitumen en bitumineuze bindmiddelen - Bepaling van de oplosbaarheid

Bitumes et liants bitumineux - Détermination de la solubilité

Bitumen and bituminous binders - Determination of solubility

Toelating tot publicatie: 19 juni 2007

Vervangt NBN EN 12592 (2000).

Deze Europese norm EN 12592:2007 heeft de status van een Belgische norm.

Deze Europese norm bestaat in drie officiële versies (Duits, Engels, Frans).

Bureau voor Normalisatie Brabançonnelaan 29 B-1000 Brussel België
Tel: +32 2 738 01 12 - Fax: +32 2 733 42 64 - E-mail: info@nbn.be - NBN Online: www.nbn.be
Bank 000-3255621-10 IBAN BE41 0003 2556 2110 BIC BPOT BEB1 BTW: BE 0880.857.592

© NBN 2007

Prijsgroep: 11

NORME EUROPÉENNE

EUROPÄISCHE NORM

EUROPEAN STANDARD

EN 12592

Mars 2007

ICS 91.100.50; 75.140

Remplace EN 12592:1999

Version Française

Bitumes et liants bitumineux - Détermination de la solubilité

Bitumen und bitumenhaltige Bindemittel - Bestimmung der Löslichkeit

Bitumen and bituminous binders - Determination of solubility

La présente Norme européenne a été adoptée par le CEN le 3 février 2007.

Les membres du CEN sont tenus de se soumettre au Règlement Intérieur du CEN/CENELEC, qui définit les conditions dans lesquelles doit être attribué, sans modification, le statut de norme nationale à la Norme européenne. Les listes mises à jour et les références bibliographiques relatives à ces normes nationales peuvent être obtenues auprès du Centre de Gestion du CEN ou auprès des membres du CEN.

La présente Norme européenne existe en trois versions officielles (allemand, anglais, français). Une version dans une autre langue faite par traduction sous la responsabilité d'un membre du CEN dans sa langue nationale et notifiée au Centre de Gestion du CEN, a le même statut que les versions officielles.

Les membres du CEN sont les organismes nationaux de normalisation des pays suivants: Allemagne, Autriche, Belgique, Bulgarie, Chypre, Danemark, Espagne, Estonie, Finlande, France, Grèce, Hongrie, Irlande, Islande, Italie, Lettonie, Lituanie, Luxembourg, Malte, Norvège, Pays-Bas, Pologne, Portugal, République Tchèque, Roumanie, Royaume-Uni, Slovaquie, Slovénie, Suède et Suisse.

COMITÉ EUROPÉEN DE NORMALISATION
EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG
EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION

Centre de Gestion: rue de Stassart, 36 B-1050 Bruxelles

© 2007 CEN Tous droits d'exploitation sous quelque forme et de quelque manière que ce soit réservés dans le monde entier aux membres nationaux du CEN.

Réf. n° EN 12592:2007 F

Sommaire

Page

Avant-propos 3
1 Domaine d'application 4
2 Références normatives 4
3 Termes et définitions 4
4 Principe 4
5 Produits et réactifs 4
6 Appareillage 5
7 Échantillonnage 5
8 Mode opératoire 5
9 Calculs 6
10 Expression des résultats 7
11 Fidélité 7
12 Rapport d'essai 7
Bibliographie 9

Avant-propos

Le présent document (EN 12592:2007) a été élaboré par le Comité Technique CEN/TC 336 “Liants bitumineux”, dont le secrétariat est tenu par AFNOR.

Cette Norme européenne devra recevoir le statut de norme nationale, soit par publication d'un texte identique, soit par entérinement, au plus tard en septembre 2007, et toutes les normes nationales en contradiction devront être retirées au plus tard en septembre 2007.

Le présent document remplace l’EN 12592:1999.

La présente norme européenne est basée sur l'ASTM D 2042-01.

Selon le Règlement Intérieur du CEN/CENELEC, les instituts de normalisation nationaux des pays suivants sont tenus de mettre cette Norme européenne en application : Allemagne, Autriche, Belgique, Bulgarie, Chypre, Danemark, Espagne, Estonie, Finlande, France, Grèce, Hongrie, Irlande, Islande, Italie, Lettonie, Lituanie, Luxembourg, Malte, Norvège, Pays-Bas, Pologne, Portugal, République Tchèque, Roumanie, Royaume-Uni, Slovaquie, Slovénie, Suède et Suisse.

1 Domaine d'application

La présente Norme européenne prescrit une méthode de détermination du degré de solubilité dans un solvant spécifique, de liants bitumineux, ayant peu ou pas de matière minérale, autres que ceux récupérés à partir d'enrobés bitumineux. Le toluène est utilisé comme solvant pour les essais de référence.

NOTE Dans des solvants différents, les liants bitumineux ont des solubilités différentes.

AVERTISSEMENT — L'utilisation de la présente Norme européenne peut impliquer le recours à de produits, des opérations et des équipements à caractères dangereux. La présente Norme européenne n'est pas censée aborder tous les problèmes de sécurité concernés par son usage. Il est de la responsabilité de l'utilisateur de consulter et d'établir des règles de sécurité et d'hygiène appropriées et de déterminer l'applicabilité des restrictions réglementaires avant utilisation.

2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

EN 58, *Bitumes et liants bitumineux — Échantillonnage des liants bitumineux.*

EN 1425, *Bitumes et liants bitumineux — Caractérisation des propriétés sensorielles.*

EN 12594, *Bitumes et liants bitumineux — Préparation des échantillons d'essai.*

ISO 4793, *Filtres frittés de laboratoire — Échelle de porosité, classification et désignation.*

ISO 5272, *Toluène à usage industriel — Spécifications.*

ISO 5280, *Xylène à usage industriel — Spécifications.*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent.

3.1
solubilité
fraction de matériau soluble dans un solvant spécifique

4 Principe

Un échantillon de liant bitumineux est dissous dans un solvant. Cette solution (contenant l'échantillon dissout) est filtrée à travers une couche de poudre de verre dans un creuset en verre fritté. Le produit insoluble est lavé, puis séché et pesé.

5 Produits et réactifs

NOTE Des exemples de solvants spécifiques sont donnés en 5.1 et 5.2.

5.1 **Toluène**, conforme à l'ISO 5272.

5.2 Xylène, conforme à l'ISO 5280.

6 Appareillage

Appareillage et verrerie courants de laboratoire ainsi que :

6.1 Appareillage de filtration,

NOTE Assemblé selon l'illustration de la Figure 1. Les différentes parties sont détaillées de 6.1.1 à 6.1.5.

6.1.1 Creuset en verre fritté, porosité P4 (voir ISO 4793), diamètre effectif approximatif de 30 mm.

6.1.2 Poudre de verre borosilicaté dont les particules ont un diamètre approximatif compris entre 50 µm et 80 µm.

NOTE De la laine de verre ou un filtre de grade 934 ou équivalent peuvent remplacer la poudre de verre. Cependant l'utilisation de poudre de verre correspond à la méthode de référence. Lors de l'utilisation de la laine de verre ou d'un filtre, un creuset Gooch peut également être utilisé.

6.1.3 Fiole à vide, d'une capacité de 250 ml ou 500 ml, à paroi épaisse et avec tube latéral.

6.1.4 Entonnoir de filtration, de diamètre intérieur 40 mm à 42 mm.

6.1.5 Joint en caoutchouc ou adaptateur, afin de maintenir le creuset en verre sur l'entonnoir de filtration.

NOTE D'autres assemblages adaptés permettant la filtration sous vide avec un creuset peuvent être utilisés.

6.2 Étuve, capable de maintenir une température T de 15 °C à 25 °C supérieure à la température d'ébullition du solvant choisi.

6.3 Balance, permettant une lecture à 0,1 mg près.

7 Échantillonnage

Prendre l'échantillon conformément à l'EN 58, en prenant toutes les précautions nécessaires, et s'assurer que l'échantillon d'essai est représentatif de l'échantillon du laboratoire dont il provient (voir EN 58). S'assurer que l'échantillon du laboratoire est homogène et non contaminé (voir EN 1425). Si l'échantillon contient de l'eau, chauffer une fraction représentative de 100 g à 200 g à une température ne dépassant pas 130 °C en agitant constamment jusqu'à ce que le liant cesse de mousser.

8 Mode opératoire

8.1 Conditions de l'essai

Normalement, la température à laquelle l'essai est effectué n'est pas critique, et il peut être réalisé à la température ambiante du laboratoire. Pour les essais de référence, la fiole et l'échantillon en solution doivent être placés dans un bain d'eau maintenu à (25 ± 2) °C pendant 1 h avant la filtration.

NOTE L'analyse d'échantillons ayant une forte teneur en cire peut être perturbée par la présence de paraffines cristallisées. Pour éviter cet inconvénient, effectuer l'essai à une température plus élevée de 40 °C.

8.2 Préparation du creuset

Peser (3,0 ± 0,1) g de poudre de verre séchée et propre, placée dans le creuset. Placer le creuset sur l'entonnoir de filtration (6.1.4). Laver la poudre de verre (6.1.2) avec une petite quantité du solvant choisi (voir paragraphe 5) et filtrer précautionneusement dans la fiole à vide avec un léger vide, si nécessaire, ou en l'absence de vide. Renouveler l'étape de lavage à plusieurs reprises. Placer le creuset sur une plaque chauffante ou dans un bain de vapeur pendant 30 min avant de le placer dans l'étuve (6.2) à la température *T* (voir 6.2) pendant au moins 20 min. Laisser refroidir dans un dessicateur pendant 25 min à 35 min et peser à 0,1 mg près. Renouveler le séchage et la pesée, jusqu'à l'obtention d'une masse constante ; la différence entre deux pesées ne doit pas dépasser 0,5 mg.

8.3 Méthode d'essai

Transférer (2 ± 1) g de l'échantillon sec, si nécessaire en utilisant un couteau chauffé, dans une fiole Erlenmeyer pesée, ou dans tout autre récipient adéquat (EN 12594).

Peser le récipient contenant l'échantillon sec à 1 mg près. Ajouter 100 ml du solvant choisi dans le récipient par petites portions en agitant continuellement jusqu'à ce que tous les agrégats se dispersent ou disparaissent et qu'aucune partie d'échantillon non dissous n'adhère au récipient. Boucher ou couvrir le récipient et le laisser reposer pendant au moins 15 min.

Placer le creuset précédemment préparé et pesé dans l'entonnoir de filtration (6.1.4). Mouiller la poudre de verre du creuset avec une faible quantité de solvant. Filtrer soigneusement le contenu du récipient sur le creuset avec une faible aspiration si nécessaire. Si la partie insoluble est notable, la retenir autant que possible dans le récipient tout en drainant la solution à travers la couche de poudre. Laver le récipient avec une faible quantité de solvant et, en utilisant un jet de solvant d'une pissette, transférer toute la partie insoluble dans le creuset. Utiliser une baguette en verre si nécessaire pour retirer toute partie insoluble adhérant au récipient et la transférer dans le creuset. Minutieusement rincer la baguette en verre et le récipient, et transférer dans le creuset.

Laver les parties insolubles du creuset avec le solvant jusqu'à ce que le filtrat s'écoule pratiquement incolore, puis appliquer une forte aspiration afin d'extraire le solvant restant ou bien placer le creuset dans un dessicateur. Retirer le creuset de l'entonnoir ou bien du dessicateur, laver le fond afin d'éliminer toute partie insoluble et placer le creuset sur une plaque chauffante ou dans un bain de vapeur pendant 30 min. Le placer dans une étuve à la température *T* (voir 6.2) pendant au moins 20 min. Refroidir dans un dessiccateur pendant 25 min à 35 min et peser à 0,1 mg près. Répéter les opérations de séchage et de pesée jusqu'à l'obtention d'un poids constant, c'est-à-dire jusqu'à ce que la différence entre deux pesées ne doit pas dépasser 0,5 mg.

Répéter ces déterminations pour réaliser au moins deux déterminations valables. Deux déterminations de solubilité doivent être considérées comme valables si elles ne diffèrent pas de plus de 0,2 % en masse.

9 Calculs

Calculer soit le pourcentage massique total de matière insoluble (x_i), soit le pourcentage de matière soluble (x_s) de l'échantillon dans le solvant de la manière suivante :

$$x_i = \left(m_A / m_B \right) \times 100 \qquad (1)$$

$$x_s = 100 - \left[\left(m_A / m_B \right) \times 100 \right] \qquad (2)$$

où

x_i est le pourcentage de matière insoluble, en pourcent ;

x_s est le pourcentage de matière soluble, en pourcent ;

m_A la masse totale de matière insoluble, en grammes ;

m_B est la masse totale de l'échantillon sec, en grammes.

10 Expression des résultats

Exprimer la valeur de la solubilité comme le pourcentage en masse de matière soluble x_s, à 0,05 % près égale à la moyenne des deux déterminations valables.

11 Fidélité

11.1 Répétabilité

La différence entre deux résultats d'essais, obtenus par le même opérateur avec le même appareillage dans des conditions opératoires identiques et sur un même produit ne devrait pas, au cours d'une longue série d'essais effectués en appliquant correctement et normalement la méthode d'essai, dépasser 0,10 % en valeur absolue plus d'une fois sur vingt.

11.2 Reproductibilité

La différence entre deux résultats uniques et indépendants obtenus par différents opérateurs travaillant dans des laboratoires différents sur un même produit, ne devrait pas, au cours d'une longue série d'essais effectués en appliquant correctement et normalement la méthode d'essai, dépasser 0,15 % plus d'une fois sur vingt.

NOTE Ces valeurs de fidélité ne sont pas automatiquement applicables aux bitumes modifiés, et pour ces bitumes modifiés il convient de les consulter seulement comme ordres de grandeur, jusqu'à ce que de nouveaux critères soient établis.

12 Rapport d'essai

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

a) le type et l'identification complète de l'échantillon soumis à l'essai ;

b) une référence à la présente norme européenne ;

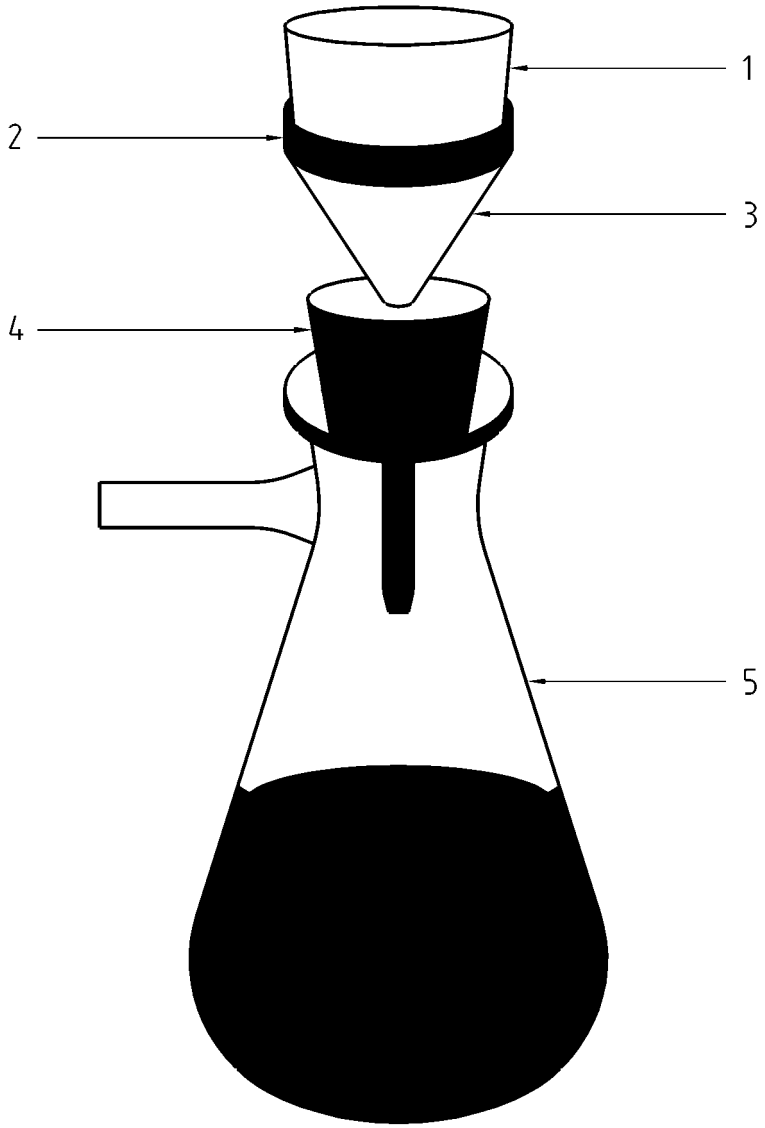
c) le solvant utilisé ;

d) le résultat de l'essai (voir Article 10) ;

e) tout écart par rapport au mode opératoire prescrit, qu'il résulte ou non d'un accord entre les parties ;

f) la date de l'essai ;

g) la nature de matériau de filtration auxiliaire (poudre de verre, fibre de verre, filtre) s'il en a été utilisé.



Légende

1 Creuset en verre fritté
2 Joint en caoutchouc
3 Entonnoir de filtration
4 Bouchon en polychloroprène
5 Fiole à vide

Figure 1 — Montage de l'appareil de filtration

Bibliographie

[1] ASTM D 2042-01, *Standard Test Method for Solubility of Asphalt Materials in Trichloroethylene.*