ICS: 75.140 ; 91.100.50

norme belge enregistrée

NBN EN 12594

2e éd., août 2007

Indice de classement: T 54

Bitumes et liants bitumineux - Préparation des échantillons d'essai

Bitumen en bitumineuze bindmiddelen - Monstervoorbehandeling

Bitumen and bituminous binders - Preparation of test samples

Autorisation de publication: 19 juin 2007

Remplace NBN EN 12594 (2000).

La présente norme européenne EN 12594:2007 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 12594

2e uitg., augustus 2007

Normklasse: T 54

Bitumen en bitumineuze bindmiddelen - Monstervoorbehandeling

Bitumes et liants bitumineux - Préparation des échantillons d'essai

Bitumen and bituminous binders - Preparation of test samples

Toelating tot publicatie: 19 juni 2007

Vervangt NBN EN 12594 (2000).

Deze Europese norm EN 12594:2007 heeft de status van een Belgische norm.

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

standards for .be

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 12594

Mars 2007

ICS 75.140; 91.100.50

Remplace EN 12594:1999

Version Française

Bitumes et liants bitumineux - Préparation des échantillons d'essai

Bitumen und bitumenhaltige Bindemittel - Vorbereitung von Untersuchungsproben

Bitumen and bituminous binders - Preparation of test samples

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 12594:2007 F

Sommaire

Page

Avant-propos 3
1 Domaine d'application 4
2 Références normatives 4
3 Termes et définitions 5
4 Principe 5
5 Produits et réactifs 5
6 Appareillage 6
7 Mode opératoire pour la préparation des échantillons 6
8 Rapport d’essai 10

Avant-propos

Le présent document (EN 12594:2007) 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 12594:1999.

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 préparation des échantillons de liants bitumineux afin de tester leurs propriétés.

AVERTISSEMENT — L'utilisation de la présente Norme européenne peut impliquer l'intervention de produits, d'opérations et d'équipements à caractère 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 cette norme 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 1427, *Bitumes et liants bitumineux — Détermination du point de ramollissement — Méthode Bille et Anneau.*

EN 1429, *Bitumes et liants bitumineux — Détermination du résidu sur tamis des émulsions de bitume et détermination de la stabilité au stockage par tamisage.*

EN 1431, *Bitumes et liants bitumineux — Détermination par distillation du liant résiduel et du distillat d'huile dans les émulsions de bitume.*

EN 12607-1, *Bitumes et liants bitumineux — Détermination de la résistance au durcissement sous l'effet de la chaleur et de l'air — Partie 1 : Méthode RTFOT.*

EN 12607-2, *Bitumes et liants bitumineux — Détermination de la résistance au durcissement sous l'effet de la chaleur et de l'air — Partie 2 : Méthode TFOT.*

EN 12607-3, *Bitumes et liants bitumineux — Détermination de la résistance au durcissement sous l'effet de la chaleur et de l'air — Partie 3 : Méthode RFT.*

EN 12697-1, *Mélanges bitumineux — Méthode d'essai pour mélange hydrocarboné à chaud — Partie 1 : Teneur en liant soluble.*

EN 12697-2, *Mélanges bitumineux — Méthodes d'essai pour mélange hydrocarboné à chaud — Partie 2 : Granulométrie.*

EN 12697-4, *Mélanges bitumineux — Méthodes d'essai pour mélange hydrocarboné à chaud — Partie 4 : Récupération des bitumes : Colonne à distiller.*

EN 12847, *Bitumes et liants bitumineux — Détermination de la tendance à la décantation des émulsions de bitume.*

EN 13074, *Bitumes et liants bitumineux — Récupération du liant d'une émulsion de bitume par évaporation.*

EN 14769, *Bitumes et liants bitumineux — Vieillissement long terme accéléré réalisé dans un récipient de vieillissement sous pression (PAV).*

EN 14895, *Bitumes et liants bitumineux — Stabilisation du liant d'une émulsion bitumineuse ou d'un bitume fluxé ou fluidifié.*

EN ISO 3696:1995, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai (ISO 3696:1987).*

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

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions donnés dans l'EN 58 ainsi que les termes et définitions suivants s'appliquent.

3.1
échantillon de laboratoire
échantillon de liant bitumineux destiné aux essais de laboratoire. Ce peut être un échantillon unique, un échantillon recomposé ou une partie de celui-ci (échantillon divisé)

3.2
échantillon d'essai
échantillon de liant bitumineux produit par traitement ou subdivision d'un échantillon de laboratoire pour la réalisation d'un seul essai

4 Principe

Pour produire un échantillon de laboratoire, le matériau soumis à essai doit avoir été échantillonné conformément à l'EN 58.

Les propriétés sensorielles doivent être contrôlées conformément à l'EN 1425, avant de se conformer à la présente norme.

Homogénéiser l'échantillon de laboratoire avant de prélever les échantillons d'essai.

Pour certains essais (7.3.2), transférer directement l'échantillon de laboratoire dans les récipients pour cet essai, et pour d'autres essais (7.3.3), tamiser l'échantillon de laboratoire au préalable.

Conserver l'échantillon de laboratoire, source des échantillons d'essai, dans des conditions contrôlées. Agiter doucement l'échantillon pour l'homogénéiser et chauffer l'échantillon, si nécessaire.

Préparer simultanément tous les échantillons d'essai nécessaires à la détermination d'une caractéristique.

5 Produits et réactifs

5.1 Généralités

N'utiliser que des réactifs de qualité analytique normalisée et de l'eau conforme à la qualité 3 de l'EN ISO 3696:1995.

5.2 Solution S_a

Solution aqueuse d'hydroxyde de sodium (NaOH) de concentration nominale 0,01 mol/l contenant 1 % en masse d'oléate de sodium. Cette solution peut être utilisée pour la préparation des échantillons d'émulsion anionique. Le vrai savon de l'émulsion peut être utilisé s'il est disponible sur site, dans le cas d'essais de routine ou par simplicité.

NOTE S_a est utilisé pour « solution anionique » parce que cette solution est utilisée pour la préparation des échantillons d'émulsions anioniques.

5.3 Solution S_c

Solution aqueuse d'acide chlorhydrique (HCl) de concentration nominale 0,01 mol/l contenant 1 % en masse de bromure de cétyle-triméthyle ammonium. Cette solution peut être utilisée pour la préparation des échantillons d'émulsion cationique La phase aqueuse réelle de l'émulsion peut être utilisée si elle est disponible sur site, dans le cas d'essais de routine ou par simplicité.

NOTE S_c est utilisé pour « solution cationique » parce que cette solution est utilisée pour la préparation des échantillons d'émulsions cationiques.

5.4 Xylène, conforme à la qualité 2 de l'ISO 5280.

5.5 Éthanol, 99 % minimum en fraction volumique ou éthanol dénaturé à 95 % en fraction volumique.

6 Appareillage

Appareillage et verrerie courants de laboratoire, ainsi que :

6.1 Étuve ventilée ou four de laboratoire ventilé avec une précision de température de ± 5 °C, contrôlée au point milieu et dans la zone de travail à intervalles appropriés.

6.2 Appareil de chauffage indirect, par exemple une jaquette chauffante avec un thermomètre, un bain d'huile avec un thermomètre, ou l'équivalent.

6.3 Creuset, constitué de matériau approprié.

6.4 Tout agitateur approprié, par exemple manuel (tel qu'une spatule) ou mécanique, équipé d'une hélice.

6.5 Tamis métallique avec une ouverture de maille de 0,50 mm en laiton ou en acier inoxydable dans le cas des émulsions de bitumes.

6.6 Couvercle ou feuille d'aluminium pour le creuset.

6.7 Récipients ou moules pour l'échantillon d'essai : en matériau approprié avec un couvercle ou autre moyen de fermeture, ou une fiole conique en verre avec un bouchon rodé.

7 Mode opératoire pour la préparation des échantillons

7.1 Échantillons solides ou semi solides

7.1.1 Échantillons jusqu'à 1 l

Soulever le couvercle ou toute autre dispositif de fermeture du récipient contenant l'échantillon, placer le récipient avec le couvercle desserré dans l'étuve pendant 120 min maximum à une température qui ne dépasse pas de 100 °C le point de ramollissement attendu tel que défini dans l'EN 1427.

Pour les bitumes modifiés, utiliser le même mode opératoire, si aucune autre recommandation n'a été donnée par le fournisseur. Dans tous les cas, la température de 200 °C ne doit pas être dépassée.

Retirer le récipient de l'étuve et agiter (6.4) l'échantillon fondu avec soin afin d'éviter l'introduction de bulles d'air dans l'échantillon. Pour les bitumes modifiés, agiter suivant les indications fournies par le fournisseur, lorsqu'elles sont disponibles. Laisser les bulles d'air éventuelles s'échapper, si besoin en plaçant l'échantillon dans l'étuve pendant moins de 5 min. Verser l'échantillon fluide et homogène dans les moules ou les récipients pour échantillons d'essai.

Exécuter l'ensemble de la procédure (fusion, homogénéisation et moulage) en moins de 135 min.

Éliminer le restant d'échantillon qui a été chauffé.

7.1.2 Échantillons supérieurs à 1 l

S'il est nécessaire de partager l'échantillon en sous-échantillons, s'assurer que le sous-échantillon est représentatif de l'échantillon d'origine. Si nécessaire, prélever une quantité suffisante (100 g minimum) du produit provenant du récipient en utilisant un outil approprié (par exemple un couteau chaud mais non rougeoyant), et transférer l'échantillon dans le creuset.

Placer le creuset dans l'appareil de chauffage approprié (6.1 ou 6.2).

Faire fondre l'échantillon en agitant (6.4) à une température qui ne dépasse pas de plus de 100 °C le point de ramollissement attendu tel que défini dans l'EN 1427. Pour les bitumes modifiés, utiliser le même mode opératoire, si aucune autre recommandation n'a été proposée par le fournisseur. Dans tous les cas, la température de 200 °C ne doit pas être dépassée.

Les températures plus basses requises pour les autres étapes doivent être obtenues par refroidissement.

La totalité de l'échantillon doit être fondu comme suit :

— pour 1 l à 2 l, en 3 h maximum ;

— pour 2 l à 3 l, en 3h30 maximum ;

— pour 3 l à 5 l, en 4h maximum ;

— pour plus de 5 l durant toute une nuit.

NOTE Pour les échantillons de plus de 5 l, il est recommandé de les fondre à une température supérieure de 50 °C au-delà du point de ramollissement Bille-&-Anneau. Comme la fonte opérée la nuit est réalisée à une température plus basse, on augmentera la température approximativement 2 h avant de commencer l'échantillonnage.

Agiter l'échantillon fondu avec précaution afin d'empêcher une surchauffe locale et d'éviter l'introduction de bulles d'air dans l'échantillon. Pour les bitumes modifiés, agiter suivant les recommandations données par le fournisseur, lorsqu'elles sont disponibles. Si aucune recommandation du fournisseur concernant la manipulation n'est disponible, le bitume modifié doit être homogénéisé pendant 10 min au plus en évitant l'introduction de bulles d'air dans l'échantillon. Si nécessaire, couvrir le creuset avec une feuille d'aluminium ou avec un couvercle non ajusté.

Verser l'échantillon liquéfié et homogène dans les moules ou les récipients pour essai.

Exécuter la procédure d'homogénéisation et la procédure de coulage en moins de 15 min maximum.

Éliminer le restant d'échantillon qui a été chauffé.

7.2 Bitumes mous, liants fluxés ou fluidifiés

Si nécessaire, pour minimiser les pertes de fractions volatiles pendant le chauffage, couvrir le récipient avec une feuille d'aluminium ou un couvercle non ajusté. Homogénéiser la totalité de l'échantillon en agitant doucement manuellement.

Si la viscosité est trop élevée, il convient de chauffer l'échantillon avec précaution dans un bain d'air chaud ou d'huile ou l'équivalent, pendant la durée minimale nécessaire à ce qu'il devienne suffisamment fluide pour être versé.

Le liant en vrac doit être placé dans une étuve dont la température est maintenue à une valeur correspondant à la plus basse des valeurs suivantes :

— 80 °C au dessus de la température Bille-&-Anneau estimée ;

— 140 °C pour les liants bitumineux fluxés ;

— 80 °C pour les liants fluidifiés.

Éviter l'introduction de bulles d'air dans l'échantillon, en les laissant s'échapper.

Verser l'échantillon liquide homogène dans les moules ou dans les récipients pour essai.

Après avoir chauffé, exécuter la procédure d'homogénéisation et la procédure de coulage en 15 min maximum.

Éliminer le restant d'échantillon qui a été chauffé, excepté pour les bitumes fluidifiés et les liants ayant un point de ramollissement Bille-&-Anneau inférieur ou égal à 30 °C.

7.3 Émulsions bitumineuses

7.3.1 Généralités

Pour les émulsions, l'intervalle de temps entre l'échantillonnage et la réalisation de l'essai doit être aussi court que possible. Dans le cas d'une analyse pour arbitrage, cette durée doit être inférieure à 10 jours.

7.3.2 Échantillons d'essai pour les essais de tamisage (EN 1429) et les essais de tendance à la décantation (EN 12847)

7.3.2.1 Conserver l'échantillon de laboratoire qui a été obtenu, conformément à l'Article 4, dans l'étuve, si nécessaire, entre 18 °C et 28 °C, ou dans le laboratoire si la température ambiante reste dans ces limites. Noter la température de stockage de l'échantillon de laboratoire.

NOTE Pour les émulsions qui sont instables à la température ambiante et qui sont stockées normalement et manipulées à des températures élevées, il est possible de conserver l'échantillon de laboratoire à (60 ± 5) °C avant la préparation des échantillons d'essai. Il convient de prendre toutes les précautions nécessaires pour minimiser les pertes en eau et/ou la formation de peau lors de cette opération. Si ce mode opératoire est adopté, il convient d'amener l'échantillon de laboratoire à la température d'essai adaptée à la préparation de l'échantillon d'essai.

7.3.2.2 Agiter l'échantillon de laboratoire doucement à raison de 50 t/min à 70 t/min, en utilisant un agitateur en verre ou un couteau palette jusqu'à ce que l'émulsion soit homogène. Éviter l'introduction d'air tout en agitant et si quelques bulles devaient s'insérer, les laisser s'échapper. S'assurer que tous les sédiments au fond du récipient sont minutieusement dispersés. Noter l'aptitude à la redispersion du sédiment.

7.3.2.3 Transférer l'échantillon agité dans le récipient pour échantillons d'essai.

7.3.2.4 Débuter l'essai de tamisage selon l'EN 1429 et/ou l'essai de tendance à la décantation selon l'EN 12847.

7.3.3 Échantillons pour d'autres essais

7.3.3.1 Suivre les étapes décrites dans 7.3.2.1, 7.3.2.2 et 7.3.2.3.

7.3.3.2 Suivre le mode opératoire détaillé dans l'EN 1429 (paragraphe 8.1) à l'exception des étapes mentionnant la pesée du tamis. Il est possible d'utiliser un bécher au lieu d'une bouteille.

Pour les émulsions très visqueuses qui traversent lentement les tamis, les essais seront poursuivis avec des émulsions non tamisées, ce point doit être mentionné dans le rapport d'essai.

7.4 Échantillons obtenus avec un mode d'emploi spécifique

Les échantillons obtenus par :

— extraction du liant bitumineux (EN 12697-1 et EN 12697-2 ou 12697-4) ou n'importe quelle norme appropriée relative à l'extraction ;

— récupération et stabilisation à partir de l'émulsion de bitume, du bitume fluidifié ou fluxé (EN 13074, EN 14895 ou EN 1431) ou n'importe quelle norme appropriée relative à la récupération et à la stabilisation ;

— résistance au durcissement (EN 12607-1, EN 12607-2 et EN 12607-3 ou EN 14769), ou n'importe quelle norme appropriée relative au durcissement,

doivent être préparés immédiatement après leur récupération et testés d'après le mode opératoire approprié.

Dans le cas où l'échantillon d'essai est obtenu en différentes parties, les parties de l'échantillon de la même origine (par exemple issues de l'essai de résistance au durcissement) doivent être reconstituées en un seul échantillon. Un nombre suffisant de parties de l'échantillon doit être disponible, sinon elles doivent être préparées.

Les parties de l'échantillon doivent être collectées pour les essais suivants dans les creusets en acier et conservées, avec précaution, liquides ou fondues pendant un maximum de 60 min dans un bain d'air chaud ou un bain d'huile ou l'équivalent. La température maximale ne doit pas dépasser 100 °C au-dessus du point de ramollissement attendu tel que défini dans l'EN 1427.

Pour les bitumes modifiés, utiliser la même procédure, si aucune autre indication n'est donnée par le fournisseur. Dans tous les cas, la température de 200 °C ne doit pas être dépassée.

Les températures plus basses requises pour d'autres étapes doivent être obtenues par refroidissement.

Agiter l'échantillon avec précaution afin d'éviter l'introduction de bulles d'air dans l'échantillon; si cela se produit toutefois, laisser celles-ci s'échapper. Si nécessaire, couvrir le creuset avec une feuille d'aluminium ou avec un couvercle non ajusté.

Verser les échantillons dans les moules ou dans les récipients pour échantillons d'essai.

Exécuter d'homogénéisation et la procédure de coulage en 15 min maximum.

Éliminer le restant d'échantillon qui a été chauffé.

8 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) la date de prélèvement de l'échantillon et la date d'arrivée au laboratoire ;

d) la date de préparation de l'échantillon ;

e) la température de stockage avant la préparation de l'échantillon (s'il ne s'agit pas de la température ambiante du laboratoire) ;

f) la température de préparation de l'échantillon ;

g) la présence de sédiments qui ne se dispersent pas ;

h) tout tamisage ;

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