ICS: 91.100.50

norme belge enregistrée

NBN EN 15323

1e éd., septembre 2007

Indice de classement: T 54

Bitumes et liants bitumineux - Vieillissement/conditionnement long-terme accéléré par la méthode du cylindre tournant (RCAT)

Bitumen en bitumineuze bindmiddelen - Versnelde lange-termijn veroudering/conditionering door de roterende-cilindermethode (RCAT)

Bitumen and bituminous binders - Accelerated long-term ageing/conditioning by the rotating cylinder method (RCAT)

Autorisation de publication: 12 septembre 2007

La présente norme européenne EN 15323:2007 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 15

ICS: 91.100.50

Geregistreerde Belgische norm

NBN EN 15323

1e uitg., september 2007

Normklasse: T 54

Bitumen en bitumineuze bindmiddelen - Versnelde lange-termijn veroudering/conditionering door de roterende-cilindermethode (RCAT)

Bitumes et liants bitumineux - Vieillissement/conditionnement long-terme accéléré par la méthode du cylindre tournant (RCAT)

Bitumen and bituminous binders - Accelerated long-term ageing/conditioning by the rotating cylinder method (RCAT)

Toelating tot publicatie: 12 september 2007

Deze Europese norm EN 15323:2007 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: 15

NORME EUROPÉENNE

EUROPÄISCHE NORM

EUROPEAN STANDARD

EN 15323

Avril 2007

ICS 91.100.50

Version Française

Bitumes et liants bitumineux - Vieillissement/conditionnement long-terme accéléré par la méthode du cylindre tournant (RCAT)

Bitumen und bitumenhaltige Bindemittel - Beschleunigte Langzeit-Alterung mit dem Verfahren mit rotierendem Zylinder (RCAT)

Bitumen and bituminous binders - Accelerated long-term ageing/conditioning by the rotating cylinder method (RCAT)

La présente Norme européenne a été adoptée par le CEN le 24 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 15323:2007 F

Sommaire

Page

Avant-propos 3
1 Domaine d'application 4
2 Références normatives 4
3 Termes et définitions 4
4 Principe 5
5 Appareillage 6
6 Mode opératoire 7
7 Fidélité 10
8 Rapport d'essai 11
Annexe A (normative) **Vieillissement/conditionnement à court terme à l'aide d'un appareillage RCAT (RCAT163)** 17
Annexe B (normative) **Préparation de l'échantillon de mastic qui sera vieilli dans l'appareillage RCAT** 19
Annexe C (informative) **Inspections et vérifications** 20
Bibliographie 22

Avant-propos

Le présent document (EN 15323:2007) 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 octobre 2007, et toutes les normes nationales en contradiction devront être retirées au plus tard en octobre 2007.

La présente norme européenne est basée sur les documents [1], [2] et [3], référencés dans le chapitre Bibliographie.

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 accélérée de vieillissement/conditionnement pour les bitumes, les liants bitumineux et les mastics bitumineux. La méthode consiste en un vieillissement dans un cylindre tournant (RCA), c'est-à-dire un vieillissement du liant à des températures modérées dans un grand cylindre qui tourne dans une étuve sous un débit donné d'oxygène. Préalablement au vieillissement long terme selon la présente méthode, les échantillons sont préparés dans les conditions de leur mise en œuvre sur la chaussée.

La présente méthode est aussi applicable aux bitumes modifiés et aux mastics.

NOTE Pour les liants destinés à être utilisés en application bitumineuse à chaud, la méthode normale de pré-conditionnement est soit l'une de celles données dans l'EN 12607-1 ou EN 12607-2 soit directement dans le cylindre RCAT, à un niveau équivalent de vieillissement. Pour les liants destinés aux applications en émulsion de bitume ou en bitumes fluidifiés, la stabilisation se fait normalement suivant l'EN 14895. Dans le cas des émulsions de bitume, la stabilisation peut aussi être réalisée directement dans le cylindre RCAT sous flux d'azote (les paramètres de quantité, de température, de durée ne sont pas encore mises au point).

AVERTISSEMENT — L'utilisation de la présente Norme européenne peut impliquer le recours à de produits, des opérations et des équipements à caractères dangereux, en particulier l'utilisation d'un courant d'oxygène comme atmosphère de vieillissement. 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 d'hygiène et de sécurité appropriées et de déterminer l'applicabilité des restrictions réglementaires avant utilisation. S'il existe une présomption pour que le liant comporte plus de 1 % en fraction massique de composés volatils, il convient de ne pas utiliser cette procédure.

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

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

3 Termes et définitions

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

3.1
essai de vieillissement au cylindre tournant
RCAT
procédure de vieillissement réalisée à l'aide d'un cylindre tournant

3.2
vieillissement/conditionnement à court terme
conditionnement que le liant subit lors de la mise en œuvre de la méthode décrite dans l'EN 12607-1 et l'EN 12607-2 ou directement dans le cylindre tournant, à un niveau équivalent de vieillissement

NOTE 1 Le vieillissement/conditionnement à court terme simule le durcissement que subit le liant lors de l'enrobage en usine.

NOTE 2 Voir Annexe A

3.3
stabilisation
conditionnement des liants extraits des émulsions de bitumes et des bitumes fluidifiés ou fluxés pour produire des liants résiduels sur lesquels sont ensuite déterminées leurs caractéristiques

NOTE Par exemple selon la méthode décrite dans l'EN 14895.

3.4
vieillissement à long terme
vieillissement subi par le liant pendant sa durée de service

3.5
vieillissement/conditionnement à long terme accéléré
vieillissement à long terme simulé, subi par le liant durant la procédure de vieillissement accéléré au cylindre tournant

NOTE 1 Dans le cas des liants pour enrobés à chaud, le vieillissement à long terme est réalisé sur des liants qui ont déjà été conditionnés selon la méthode du vieillissement/conditionnement à court terme.

NOTE 2 Dans le cas des émulsions de bitume ou des bitumes fluidifiés ou fluxés, le vieillissement à long terme est réalisé sur des liants qui ont déjà été conditionnés selon la méthode de stabilisation.

3.6
mastic
mélange homogène de filler et de liant bitumineux

NOTE 1 Le mélange peut être préparé directement dans le cylindre tournant.

NOTE 2 Voir Annexe B.

4 Principe

Un film tournant de liant est chauffé à une température prescrite, dans des conditions données de vitesse de rotation, de flux d'oxygène et pendant une durée définie. Cela a pour objet de simuler les changements subis par le liant en service (sur la chaussée ou pour d'autres applications, par exemple pour les toitures). La procédure normalisée est la procédure RCAT90 telle que décrite au paragraphe 6.4. Pour d'autres utilisations, par exemple en recherche, d'autres conditions opératoires peuvent être mises en œuvre.

Les effets de cette procédure de vieillissement sont évalués sur le liant résiduel après l'essai. Il est cependant possible de prélever des échantillons à des temps intermédiaires de l'opération, ce qui permet de réaliser un suivi de la cinétique du processus de vieillissement.

NOTE Le vieillissement du liant en service est influencé par la température ambiante et la pression atmosphérique ainsi que par des variables liées au mélange, telles que les proportions volumétriques du mélange, la perméabilité du mélange, les propriétés du granulat, et également d'autres paramètres. Cette procédure est censée fournir une évaluation du comportement relatif au vieillissement du liant dans des conditions données mais ne permet pas de prendre en compte la totalité des variables liées au mélange ni fournir la résistance relative du liant au vieillissement dans les conditions réelles d'utilisation.

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire et verrerie, ainsi que :

5.1 Système d'essai, comprenant un cylindre avec un rouleau cannelé à l'intérieur, un système d'alimentation en oxygène avec des dispositifs de contrôle du débit, une étuve à tirage forcé, placée sous une hotte adaptée, et comportant une sortie adéquate pour l'évacuation des constituants volatiles, des systèmes de mesure et de régulation de la température, un appareil de mesure de la température et, de préférence, un dispositif d'enregistrement de la température (Figure 1).

5.2 Cylindre d'essai, construit en acier inoxydable (Figure 2), d'un volume de 3,7 l. Le cylindre doit être fermé à une extrémité tandis que l'autre extrémité est fermée par un dispositif vissé amovible. L'étanchéité est obtenue par un joint de caoutchouc plat résistant à la chaleur et aux solvants. Le dispositif de fermeture amovible dispose d'une ouverture centrale de 42 mm à 43 mm de diamètre à travers laquelle il est possible de prélever de petites prises d'essai à intervalles prédéterminés ("temps d'exposition"). Pendant l'essai, cette ouverture est munie d'un bouchon de PTFE (type 1) comme illustré en Figure 3. Un long tube d'acier inoxydable est inséré par l'ouverture, à travers le bouchon, pour permettre de réaliser une atmosphère d'oxygène (Figure 4).

5.3 Rouleau solide cannelé en acier inoxydable, de 34 mm de diamètre (Figure 2) produisant, autour de l'axe de celui-ci, un mouvement de rotation induite par la gravité. Ce rouleau est muni à chaque extrémité d'une jante de 3,5 mm d'épaisseur et de 40 mm de diamètre. Grâce à ce rouleau, le liant est constamment pressé dans le cylindre et réparti sur la paroi interne de celui-ci. De cette manière, la surface de bitume exposée à l'oxygène est constamment renouvelée et remélangée dans la masse de liant.

5.4 Mécanisme d'entraînement du cylindre d'essai tournant sur son axe, sur deux barres de transmission dans une étuve ventilée. Le mécanisme est tel que le cylindre fasse (1 ± 0,05) tr/min.

5.5 Étuve à tirage forcé, à utiliser en 5.2, 5.3 et 5.4, capable de porter en 1 h la température de l'étuve, relevée sur un thermomètre adéquat, à la valeur de consigne demandée à ± 0,5 °C près, et de maintenir la température du liant à l'intérieur du cylindre à la température de vieillissement à ± 0,5 °C près. La température de l'étuve est contrôlée à l'aide d'un dispositif de mesure et de régulation avec une lecture à 0,1 °C près. L'étuve doit avoir les dimensions internes de 480 mm × 380 mm × 500 mm (largeur × hauteur × profondeur) à ± 20 mm près, et doit comporter un ventilateur protégé capable d'homogénéiser efficacement la température de l'air. La température dans l'étuve doit être fixée avec précision (entre 70 °C et 95 °C selon l'essai). Elle doit rester constante à ± 0,5 °C près pendant la durée de l'essai.

PRÉCAUTIONS DE SÉCURITÉ — La procédure de vieillissement est effectuée à des températures élevées et sous un faible courant d'oxygène. Il convient de respecter toutes les mesures de sécurité préconisées par le constructeur de l'appareillage.

5.6 Détendeur réglable, muni d'un manomètre réglable de 0 MPa à 0,5 MPa (5 bars), avec des subdivisions de 0,01 MPa. Si possible, il est bon que le détendeur soit muni d'un dispositif limiteur de débit. Par ailleurs, une vanne générale de contrôle à pointeau doit être utilisée pour limiter le débit d'oxygène à 10 l/h environ au cas où le conduit d'oxygène viendrait à se rompre.

5.7 Valve de sécurité de la température de l'oxygène, qui coupe l'apport d'oxygène si la température dans l'étuve dépasse 105 °C pendant la procédure de vieillissement lors du balayage en oxygène.

5.8 Débitmètre d'oxygène, qui peut être ajusté sur la gamme de mesure de 0 l/h à 10 l/h avec des graduations à 0,5 l/h. La valeur du débit doit être de (4,5 ± 0,5) l/h.

5.9 Tube d'acier inoxydable en spirale (2 m à 3 m de long, 6 mm à 6,35 mm de diamètre, environ 1 mm d'épaisseur de paroi) pour préchauffer l'oxygène qui circule à l'intérieur avant de pénétrer dans le cylindre.

5.10 Sonde de température, précise à 0,1 °C près, pour mesurer la température à l'intérieur du cylindre lors de son étalonnage (Annexe C). Le thermomètre doit être étalonné avec une exactitude de ± 0,1 °C à des intervalles appropriés. Ce thermomètre (ou un second) peut aussi être utilisé pour suivre la température de l'étuve.

NOTE Un détecteur thermique à résistance (RTD) convient à cet usage.

5.11 Dispositif d'enregistrement de la température, avec un système d'acquisition des données, capable d'enregistrer la température à 0,1 °C près tout au long de l'essai.

5.12 Balance, capable de peser 10,0 kg avec une précision de lecture de ± 0,1 g.

5.13 Étuve(s) ordinaire(s), capable(s) de réguler une température inférieure ou égale à 200 °C à ± 5 °C près.

5.14 Cuillère pour l'échantillonnage (Figure 5), pour prélever des échantillons de liant en cours de vieillissement, à des temps d'exposition prédéfinis, afin de suivre l'évolution du processus de vieillissement.

NOTE Les temps d'exposition sont généralement de 17 h, 65 h et 140 h lorsque le vieillissement est mené à 90 °C (pour mieux s'insérer dans les heures normales de travail, il est préférable de démarrer le vieillissement à long terme l'après-midi entre 15 h et 17 h selon la phase la plus longue mise en jeu).

5.15 Bouteille d'oxygène commerciale. Il est nécessaire de prévoir une réserve d'oxygène suffisante pour mener l'essai à son terme. Une bouteille commerciale d'oxygène convient pour cet usage. Pureté : ≥ 99,9 % en volume.

6 Mode opératoire

PRÉCAUTIONS DE SÉCURITÉ — Veiller à utiliser des procédures de sécurité lors de la manipulation du liant bitumineux chaud pour la préparation des échantillons et pour la récupération du résidu contenu dans le cylindre.

6.1 Vieillissement des mastics

Lorsque l'essai de vieillissement RCAT est mené sur un mastic, celui-ci est préparé directement dans le cylindre, comme indiqué dans l'Annexe B. Après homogénéisation, un échantillon d'environ 25 g est prélevé pour la caractérisation. Ensuite, procéder selon la procédure décrite au paragraphe 6.2 (conditionnement RCAT163) ou celle décrite en 6.4 (en remplaçant le mot "liant" par le mot "mastic").

6.2 Pré-conditionnement

Le liant est d'abord pré-conditionné de façon à simuler les conditions de sa mise en œuvre sur la route. Pour les liants destinés aux applications d'enrobés à chaud, le pré-conditionnement de l'échantillon se fait normalement selon l'une des méthodes détaillées dans l'EN 12607-1 ou l'EN 12607-2. Le vieillissement/conditionnement à court terme peut aussi être mené directement dans le RCAT selon la procédure RCAT163 décrite en Annexe A. Si cela est possible, il convient d'utiliser cette méthode, puisque les deux procédures de vieillissement sont alors menées dans le même appareillage. La procédure utilisée doit être notée dans le rapport d'essai. La procédure RTFOT détaillée dans l'EN 12607-1 est utilisée comme méthode de référence.

Comme il est nécessaire de préparer plus d'une série d'échantillons pour la procédure de vieillissement/conditionnement à court terme ou de stabilisation (soit selon l'EN 12607-1 ou l'EN 12607-2 ou l'EN 14895), il est permis de combiner et d'homogénéiser des sous-échantillons pour disposer d'une quantité suffisante (550 g à 600 g) pour la procédure RCAT. L'ensemble des résidus doit être mélangé et la durée de tout réchauffage supplémentaire destiné à l'homogénéisation du résidu doit être réduite au minimum. Par conséquent, le vieillissement/conditionnement à court terme doit être mené de préférence dans le dispositif RCAT (Annexe A) et le vieillissement à long terme peut alors être mis en œuvre immédiatement après refroidissement à une température inférieure à la température de l'essai + 5 °C.

Si la méthode EN 12607-1 ou EN 12607-2 est utilisée, le résidu chaud peut être versé immédiatement dans le cylindre RCAT ou peut être laissé à refroidir pour un essai RCAT ultérieur. Si le résidu est mis à refroidir, le récipient contenant le liant doit être couvert et conservé à température ambiante. Lors de son utilisation, l'échantillon doit être réchauffé comme mentionné au paragraphe 6.3. Dans tous les cas, le temps de chauffage doit être aussi court que possible et l'échantillon est mélangé avant d'être versé dans le cylindre.

6.3 Préparation du liant

La veille de l'essai, chauffer l'étuve de vieillissement ainsi que le cylindre et son rouleau à la température d'essai choisie, typiquement 90 °C (RCAT90). Si une autre température de vieillissement est choisie, toutes les mentions à la température de 90 °C doivent être modifiées en conséquence.

Si le cylindre et le rouleau peuvent être préchauffés dans une étuve séparée, le chauffage du dispositif de vieillissement peut être mis en route juste avant la préparation du liant décrite ci-après.

La préparation des échantillons de laboratoire devant être vieillis doit être effectuée avec un échantillon divisé ou avec un échantillon récupéré pré-conditionné. L'échantillon pesant environ 650 g et au maximum 900 g doit être dans un récipient métallique.

Le jour du démarrage de la procédure de vieillissement, préparer l'échantillon de liant selon l'EN 12594.

NOTE 1 Lorsque la procédure la plus longue est envisagée (c-à-d lors de la préparation du mastic suivi d'un vieillissement court terme par RCAT163), on recommande d'essayer de réduire autant que possible le temps de préparation de l'échantillon de laboratoire pour être dans la plage normale des horaires de travail. Comme conseil, on recommande l'utilisation d'une étuve à tirage forcé et de viser une durée de préparation inférieure à 100 min.

Les HPMB et les liants (très) visqueux peuvent conduire à des difficultés lors du vieillissement à long terme en utilisant le RCAT. Comme conseil, la température d'essai doit dépasser d'au moins 10 °C la température de B&A de l'échantillon testé. Pour l'essai RCAT de vieillissement à long terme utilisant l'oxygène, la température la plus élevée admissible est 100 °C.

Lorsque la préparation de l'échantillon d'essai implique des températures d'étuve supérieures à 170 °C, le préchauffage du cylindre et du rouleau doit être réduit.

NOTE 2 Comme conseil, on peut suggérer de réduire de 2 °C (dans la limite de 90 °C) par tranche de 10 °C au delà de 170 °C la température de préchauffage du cylindre et du rouleau (en considérant que la masse du cylindre et du dispositif de rotation est d'environ 8 500 g).

Le temps de chauffage peut être adapté si nécessaire selon l'expérience acquise avec le liant bitumineux soumis à l'essai et avec l'étuve utilisée. Le temps de préchauffage doit être réduit au minimum tout en permettant l'homogénéisation et le versement du liant.

Après le préchauffage, agiter le liant soigneusement de façon à l'homogénéiser, puis en verser 525 g à 550 g dans le cylindre préchauffé placé sur une balance (dont le plateau est protégé de la chaleur au moyen d'un dispositif approprié, par exemple un épais plateau ou un support en liège). Il convient d'effectuer le remplissage de préférence par l'ouverture de l'extrémité amovible. Insérer alors le rouleau préchauffé dans le cylindre, en s'assurant que le trou taraudé est placé vers l'extérieur, afin de permettre l'extraction.

En même temps, alors que l'échantillon est encore chaud, prélever les fractions nécessaires de liant restant contenu dans le récipient pour effectuer les tests d'identification au temps d'exposition t = 0 h.

Toutes les étapes de préparation, manipulation et conditionnement (c-à-d chauffage, préchauffage du cylindre et du rouleau, et période de refroidissement si nécessaire) doivent être effectuées de manière à débuter la procédure décrite en 6.4 avec un échantillon dont la température est voisine de la température de l'essai à 5 °C près.

6.4 Réalisation de la procédure de vieillissement long terme

La procédure normalisée RCAT90 est exécutée comme suit. Poser le cylindre sur le mécanisme d'entraînement dans l'étuve de vieillissement, mettre en place le bouchon en PTFE de type 1 (Figure 3) et fixer le tube d'alimentation d'oxygène avec un écrou papillon de telle sorte qu'il soit centré dans l'ouverture du cylindre. Laisser le cylindre reposer pendant (60 ± 5) min sans rotation ni introduction d'oxygène, afin de permettre au liant de s'équilibrer à la température d'essai. Ajuster la jauge de pression de la bouteille d'alimentation en oxygène à 0,1 MPa (1 bar).

Démarrer la rotation du cylindre (1 tr/min) et ouvrir l'arrivée d'oxygène (temps t = 0). Régler le débit à (4,5 ± 0,5) l/h en utilisant le débitmètre de l'étuve de vieillissement. L'oxygène est préchauffé en passant à travers le tube d'acier en spirale.

Aux temps d'exposition prédéterminés (normalement 17 h et 65 h), retirer le tube d'alimentation et le bouchon de PTFE et prélever dans le cylindre une prise d'essai d'environ 25 g à 30 g au moyen de la cuillère spéciale d'échantillonnage, pour le suivi du processus de vieillissement. Remettre les pièces en place et poursuivre l'essai.

NOTE L'échantillonnage est plus simple si la cuillère de prélèvement est préchauffée à une température de 10 °C à 20 °C au dessus de la température d'essai.

A ce stade, la masse totale prélevée ne doit pas dépasser 120 g. Maintenir la température et le débit d'oxygène pendant 140 h (± 15 min).

Si la température indiquée par le système d'enregistrement de la température est supérieure ou inférieure à la température de consigne de plus de 0,5 °C pendant plus de 5 h durant le processus de vieillissement (sauf pendant les opérations d'échantillonnage), l'essai doit être arrêté et les échantillons rejetés.

6.5 Récupération du liant vieilli

À la fin de la période de vieillissement (140 h ± 15 min), arrêter le chauffage et l'alimentation d'oxygène. Sortir le cylindre de l'étuve. Dévisser le disque du haut, retirer le rouleau intérieur et le placer sur un couvercle métallique renversé pour récupérer le liant qui en écoule. Pour vider le cylindre ouvert, renverser celui-ci de façon à placer le côté ouvert en bas, le placer au-dessus d'une boîte métallique de 0,5 l contre la paroi interne d'une étuve préchauffée à (160 ± 5) °C (Figure 4). Laisser reposer pendant :

— 30 min à 35 min pour les liants bitumineux de pénétrabilité usuelle et pour les résidus provenant d'émulsions ou de bitumes fluidifiés ;

— 40 min à 45 min pour les liants contenant des polymères ou pour du bitume-caoutchouc.

Si besoin, il est permis d'enlever le liant du cylindre ou du rouleau interne en grattant modérément.

Après agitation, prélever les échantillons nécessaires à la caractérisation du liant soumis à un vieillissement de 140 h.

Si les essais de caractérisation du résidu RCAT ne sont pas entrepris immédiatement après l'essai de vieillissement, répartir le liant récupéré dans plusieurs récipients pendant qu'il est encore chaud (selon les quantités nécessaires pour chaque essai prévu). Les récipients de liant doivent être laissés à refroidir, les fermer et les stocker à température ambiante.

NOTE L'évolution dans le temps de différentes caractéristiques du liant, par exemple la pénétrabilité, le point de ramollissement Bille-&-Anneau, peut être contrôlée. Lors de la mesure de la pénétrabilité, un dispositif «de poche» de mesure de la pénétrabilité (boîte métallique de 36 mm de diamètre et de 20 mm à 25 mm de hauteur) peut être utilisé.

7 Fidélité

Le présent document détaille une procédure de conditionnement et ne conduit pas directement à l'obtention de résultats en tant que tels. Pour obtenir des informations sur la répétabilité et la reproductibilité de la méthode, il est possible de réaliser des essais circulaires avec la détermination de quelques caractéristiques usuelles, telles que la pénétrabilité, le point de ramollissement, la viscosité et autres.

Un essai circulaire a été conduit pour la méthode RCAT avec cinq laboratoires et sur trois liants (un bitume pur 50/70, un PMB SBS (styrène-butadiène-styrène) et un PMB EVA (éthylène-acétate de vinyle)). Les caractéristiques suivies étaient la pénétrabilité et le point de ramollissement «bille-&-anneau» pour des temps d'exposition de 0 h, 17 h, 65 h et 140 h à 90 °C. Cet essai circulaire limité a été mené sur la base d'un seul essai par laboratoire, par conséquent aucune information concernant la répétabilité n'a pu en être déduite. On pourrait s'attendre à ce quelle soit meilleure que les niveaux de reproductibilité qui sont discutés ici. Les données de reproductibilité sont de ce fait des limites inférieures et si, par hasard, la répétabilité est élevée, les valeurs de reproductibilité seraient significativement plus élevées que les valeurs citées. L'essai circulaire limité a montré que l'écart-type de la reproductibilité (s_R) n'est presque pas modifié par le vieillissement, sauf dans le cas de la mesure de pénétrabilité pour le PMB EVA. La valeur moyenne de s_R pour les quatre niveaux (0 et les trois durées de vieillissement) a été prise en compte pour l'évaluation de la reproductibilité (R) pour la pénétrabilité et le point de ramollissement «B-&-A».

Comme résultat de cet essai circulaire préliminaire, il s'avère que la différence entre deux résultats d'essai uniques et indépendants, obtenus par des opérateurs différents travaillant dans des laboratoires différents sur des produits réputés identiques, en appliquant correctement et normalement la méthode d'essai, ne devrait pas à long terme dépasser plus d'une fois sur vingt les valeurs données dans le Tableau 1.

Tableau 1 — Valeurs de reproductibilité R trouvées pour la pénétrabilité et le point de ramollissement B-&-A lors de l'essai circulaire préliminaire réalisé pour l'essai RCAT. Les résultats sur échantillons vieillis et non-vieillis sont pris en compte

	Bitume	**PMB** **Moyenne** (SBS et EVA)
Pénétrabilité (mm/10)	5	6 (4 à 8)
Point de ramollissement B&A (°C)	2,6	3,4 (4,4 à 2,4)

8 Rapport d’essai

Le rapport d’essai détaillant la procédure de vieillissement/conditionnement doit comporter au moins les informations suivantes :

a) la référence au présent document (EN 15323:2007) ;

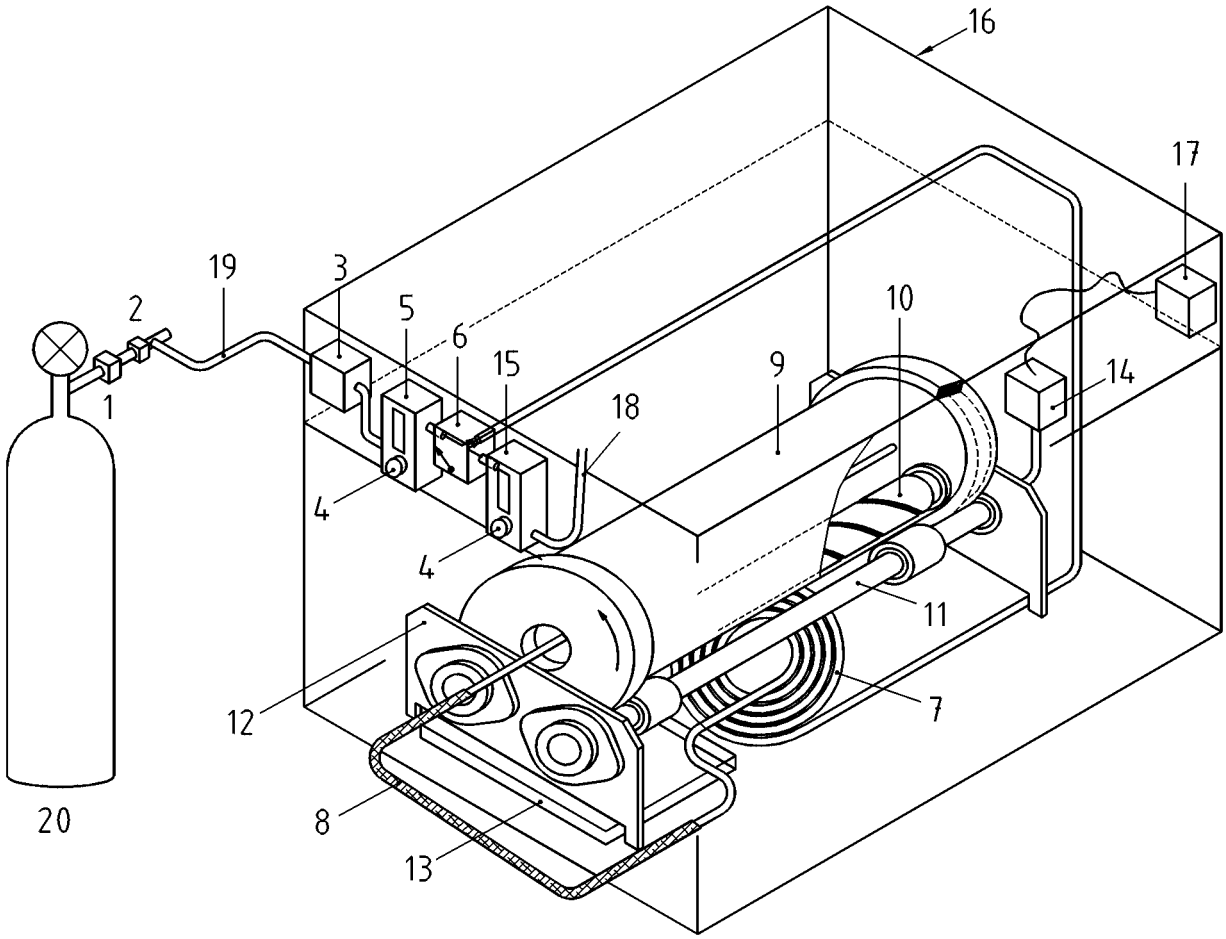
b) le type et l’identification complète de l’échantillon utilisé soumis à l’essai ;

c) la méthode de vieillissement/conditionnement à court terme si celle-ci a été utilisée (EN 12607-1, EN 12607-2 ou RCAT163) ;

d) les conditions d’essai de vieillissement, précisant la température, le débit d’oxygène, la vitesse de rotation et la durée de vieillissement ;

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

f) la date de la procédure de vieillissement.



Légende

1 Détendeur

2 Vanne pointeau de contrôle général (ou limiteur de débit)

3 Sécurité de température de l'oxygène

4 Vanne pointeau de réglage

5 Débitmètre d'oxygène

6 Basculeur air/oxygène

7 Spirale en acier inoxydable (chauffage du gaz entrant)

8 Tube en acier inoxydable pour l'alimentation en oxygène (pénètre presque jusqu'au fond du cylindre)

9 Cylindre de vieillissement RCAT

10 Rouleau interne cannelé en acier inoxydable

11 Mécanisme d'entraînement de la rotation du cylindre

12 Support du système, en acier

13 Plateau pour récolter le liant qui déborde

14 Contacteur du dispositif d'entraînement (1 tr/min ou 5 tr/min)

15 Débitmètre d'air

16 Étuve thermostatée

17 Contact pour la vitesse de rotation (1 tr/min ou 5 tr/min)

18 Conduite d'air

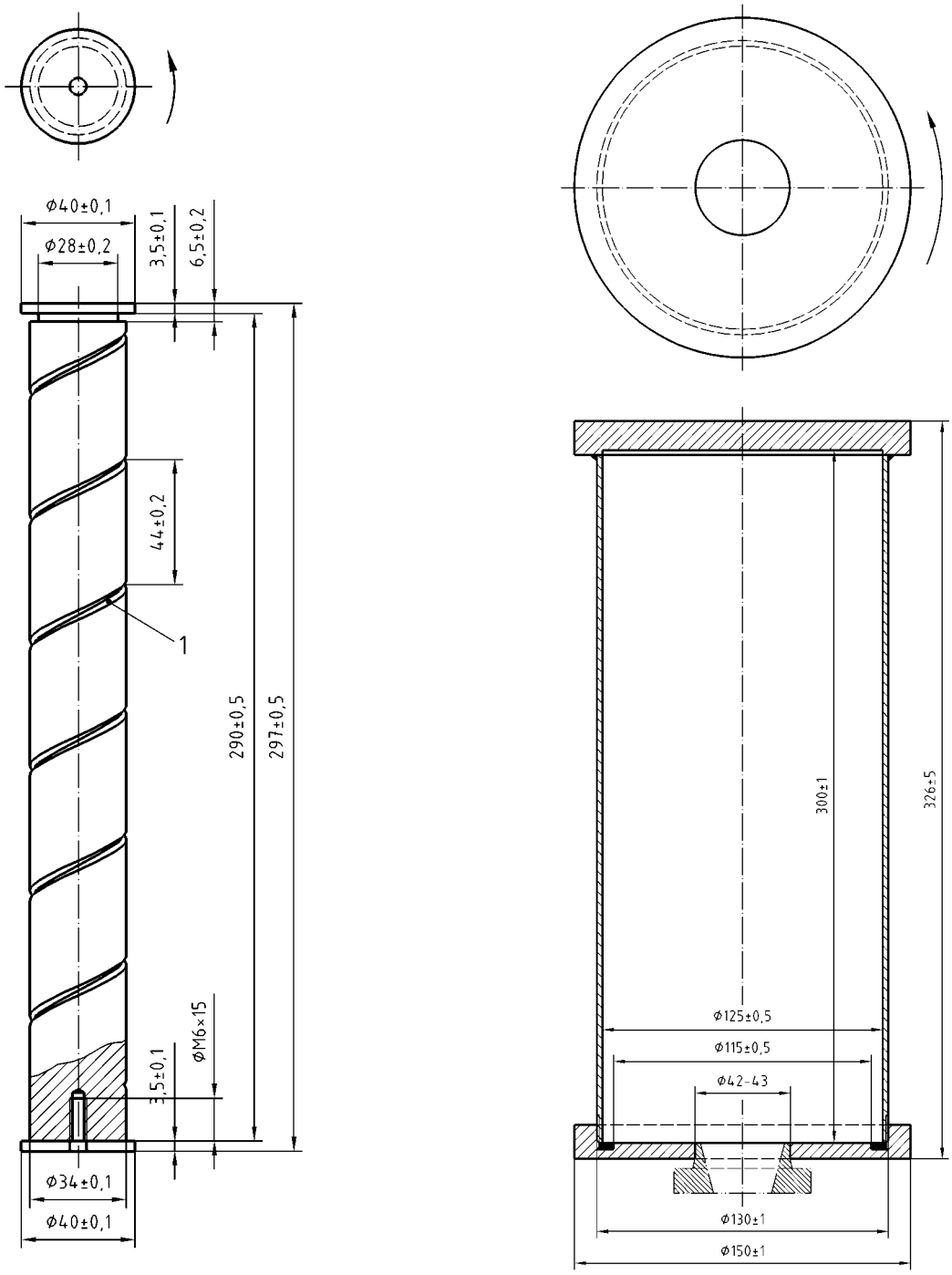
19 Conduite d'oxygène

20 Bouteille d'oxygène comprimé ou bouteille d'air comprimé

NOTE Dans le cas du vieillissement à court terme, la bouteille d'air comprimé est connectée via l'admission 18, la commutation entre le dispositif de vieillissement à court terme et celui du vieillissement à long terme est réalisé via le basculeur 6.

Figure 1 — Schéma du dispositif de vieillissement à long terme RCAT

Dimensions en millimètres

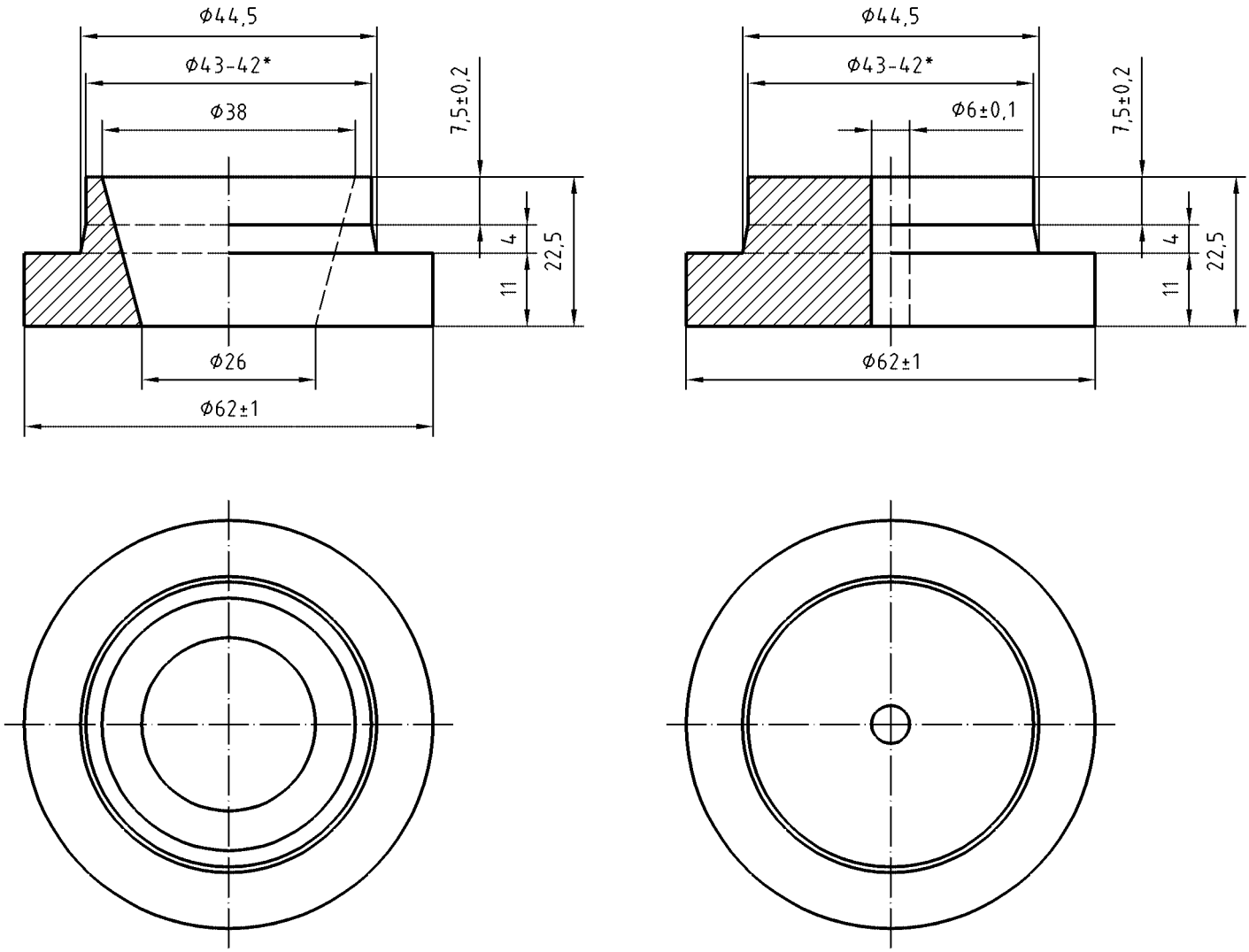


Légende

1 Filetage à droite (spirale) :
Profondeur : (2 ± 0,1) mm
Largeur : (4 ± 0,1) mm
Pas : (44 ± 0,2) mm

Figure 2 — Détails du cylindre et du rouleau cannelé interne

Dimensions en millimètres (avec une précision de ± 0,5 mm, si non précisée)

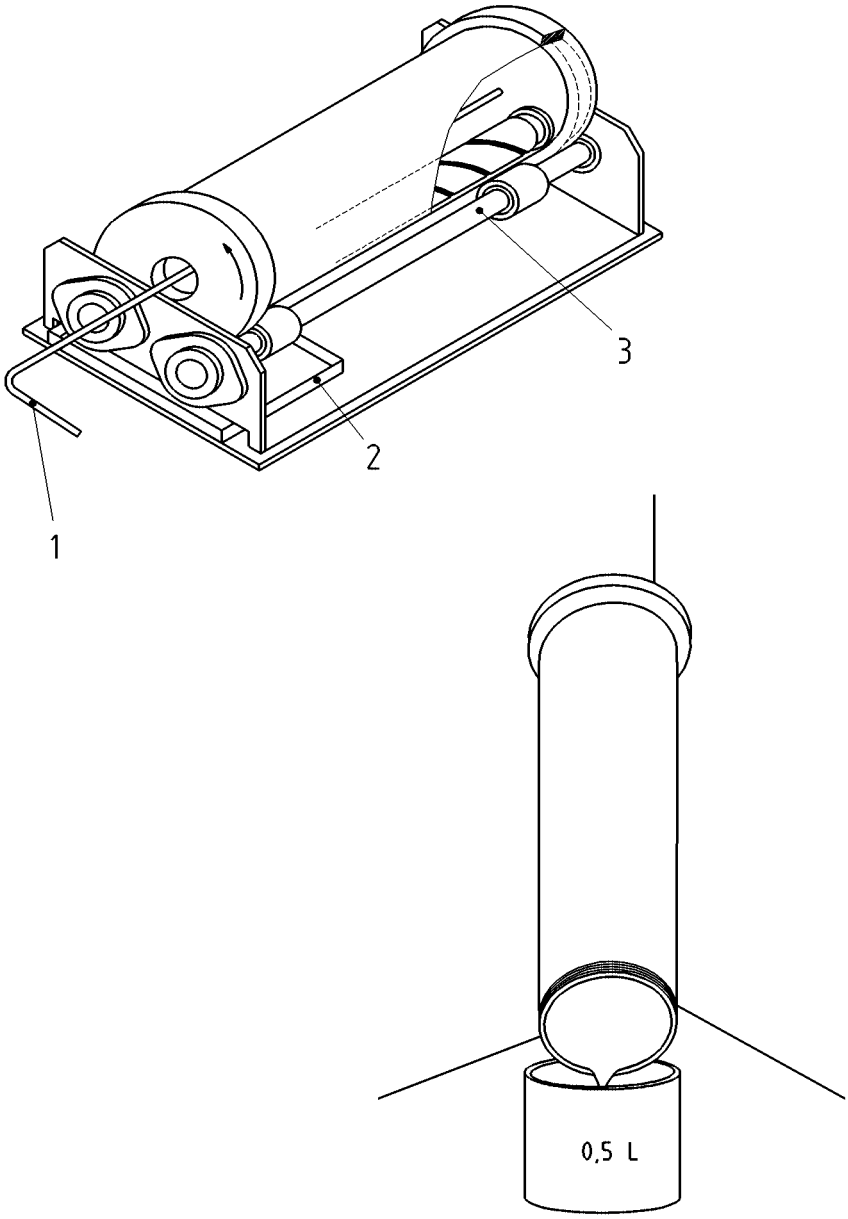


Type 1 **Type 2**

Légende

* doit s'adapter précisément sur l'ouverture du cylindre (diamètre de l'ouverture diminué de 0,2 mm)

Figure 3 — Embouts en PTFE pour les essais de vieillissement (Type 1) et pour la préparation des mastics (Type 2)



Légende

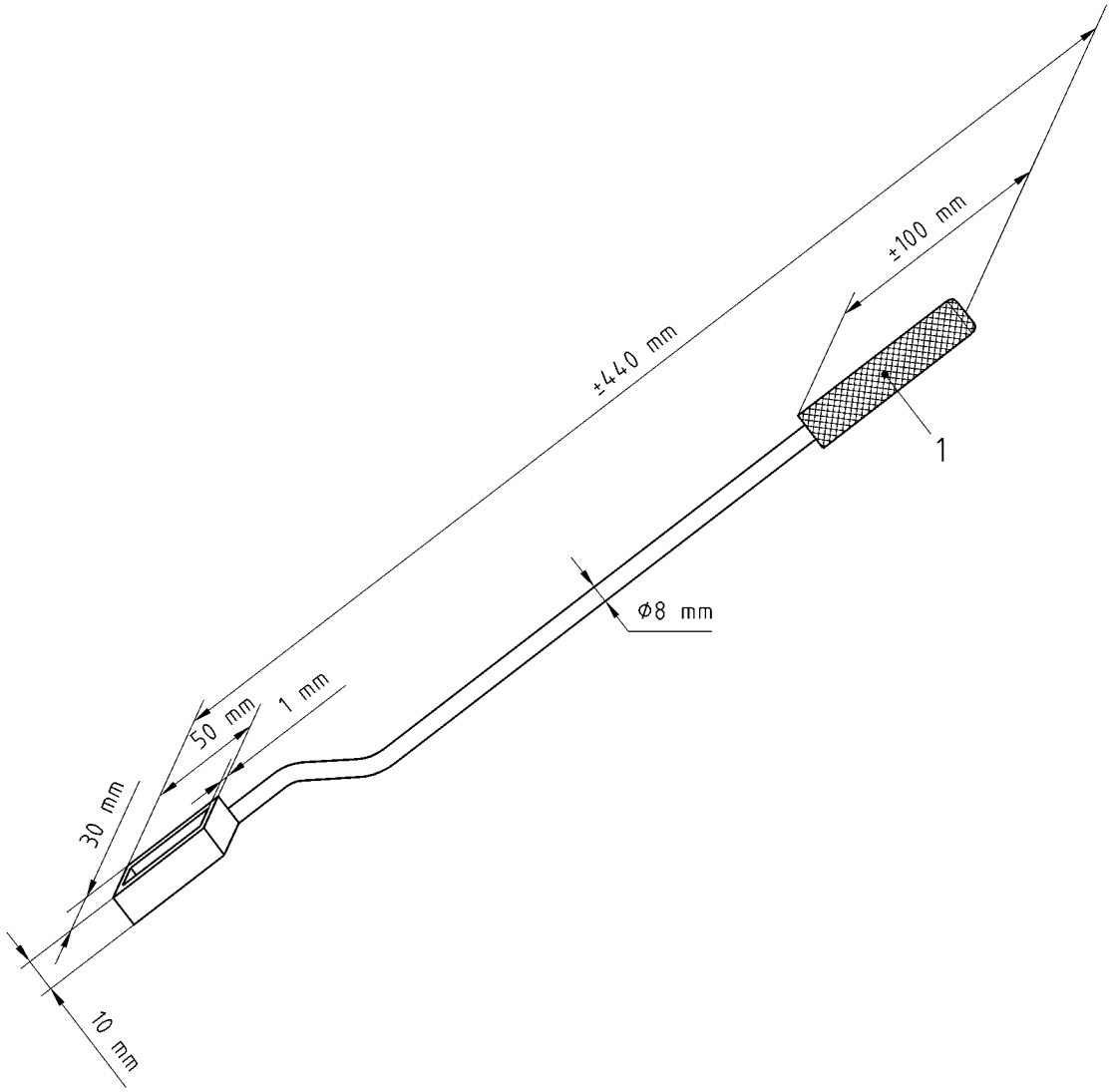
1 Tube d'acier
Diamètre externe : 6,35 mm
Épaisseur du rebord : 1 mm

2 Plateau pour la récupération

3 Dispositif d'entraînement du cylindre

Figure 4 — Principes du dispositif RCAT et de la récupération du liant vieilli

Dimensions avec une tolérance de ± 1 mm



Légende

1 Poignée de la cuillère d'échantillonnage

Figure 5 — Schéma de la cuillère d'échantillonnage

Annexe A
(normative)

Vieillissement/conditionnement à court terme à l'aide d'un appareillage RCAT (RCAT163)

A.1 Équipement complémentaire

A.1.1 Injection d'air

L'appareillage d'essai est aussi pourvu d'un système d'injection d'air en acier inoxydable positionné pour souffler de l'air chauffé dans le cylindre. Un commutateur permet de passer sur l'alimentation en air (référencé 6 dans la légende sur la Figure 1). L'orifice de sortie a un diamètre de 1,5 mm à 2 mm. L'extrémité doit être positionnée de 5 mm à 10 mm à l'intérieur du bouchon de PTFE (type 1 sur la Figure 3). Le débit d'air est contrôlé à l'aide d'un débitmètre pour une régulation à (4,0 ± 0,2) l/min (référencé 15 dans la légende de la Figure 1).

A.1.2 Mécanisme d'entraînement

Celui-ci a une seconde position qui délivre une vitesse de rotation de (5,0 ± 0,1) tr/min (référencés 14 et 17 dans la légende de la Figure 1).

A.1.3 **Bouteille d'air commerciale** reliée au tube d'alimentation en air

A.2 Préparation du liant

Comme en 6.3, mais l'étuve est thermostatée à 163 °C et le cylindre et le rouleau sont préchauffés à 170 °C. Les caractéristiques initiales du liant sont déterminées sur des prises d'essai prélevées dans la boîte.

Selon le type de liant, toutes les manipulations et les conditions préparatoires (c-à-d durée du chauffage, préchauffage en température du cylindre et du rouleau) doivent être effectuées de manière telle que l'échantillon lors du démarrage de la procédure décrite en A.3 soit à la température de (163 ± 5) °C (la masse du cylindre et du rouleau étant approximativement de 8 500 g).

A.3 Réalisation de la procédure RCAT163

Poser le cylindre sur le mécanisme d'entraînement dans l'étuve de vieillissement, mettre en place le bouchon de PTFE de type 1 (Figure 3) et fixer le tube court d'alimentation d'air avec un écrou papillon de telle sorte qu'il soit centré dans l'ouverture du cylindre, et que sa pointe soit située entre environ 5 mm et 10 mm à l'intérieur du bouchon de PTFE. Laisser le cylindre reposer pendant 30 min à 35 min sans rotation ni introduction d'air, afin de permettre au liant de s'équilibrer à la température d'essai. Ajuster la jauge de la bouteille d'alimentation en air à **0,1 MPa (1 bar)**.

Démarrer la rotation du cylindre (5 tr/min) et ouvrir l'arrivée de l'air (temps t = 0). Régler le débit à (4,0 ± 0,2) l/min en se basant sur le débitmètre d'air de l'étuve de vieillissement. L'air est préchauffé en passant à travers le tube d'acier en spirale.

Maintenir la température et le débit d'air pendant (235 ± 5) min. Cette durée de conditionnement produit un vieillissement/conditionnement à court terme presque équivalent à celui produit par le RTFOT. Si le cylindre est manipulé proprement, sans renversement de liant, la variation de masse peut être déterminée en pesant le cylindre rempli chaud avant et après l'essai.

L'échantillon vieilli/conditionnné à court terme peut être récupéré pour d'autres besoins comme indiqué en 6.5, mais le temps pris pour la récupération est réduit de moitié.

A.4 Réalisation d'une procédure de vieillissement long-terme sur l'échantillon conditionné suivant RCAT163

La procédure normalisée RCAT90 est exécutée comme suit. Après la durée de l'essai RCAT163, arrêter le mécanisme d'entraînement et le chauffage de l'étuve. Avant de retirer le cylindre de l'appareil, prélever une portion d'environ 25 g à 30 g d'échantillon dans le cylindre à l'aide de la cuillère d'échantillonnage, afin de réaliser les essais d'identification correspondant au vieillissement à long terme au temps d'exposition **t = 0 h**. Laisser l'étuve se refroidir jusqu'à la température de l'essai de vieillissement à long terme. Laisser le cylindre avec son contenu se refroidir à ± 90 °C (à l'extérieur de l'étuve): la température va descendre entre 90 °C et 95 °C en environ 1 h 15 min à 1 h 30 min.

NOTE Le prélèvement d'échantillon est plus facile lorsque la cuillère d'échantillonnage est préchauffée à environ 160 °C.

Lorsque la température de l'étuve est presque redescendue à 90 °C, l'appareil lui-même est régulé à 90 °C. Continuer l'essai à partir du paragraphe 6.4, mais le temps d'attente avant le démarrage de la procédure est réduit à une durée comprise entre 30 min et 35 min.

Annexe B
(normative)

Préparation de l'échantillon de mastic qui sera vieilli dans l'appareillage RCAT

B.1 Préparation du mastic

Comme en 6.3 mais avec les modifications suivantes :

i) les masses nécessaires de filler et de liant sont calculées de façon à obtenir (550 ± 10) ml de mastic dans le cylindre ;

ii) l'étuve d'essai comme le cylindre et le rouleau sont chauffés à 150 °C ;

iii) le filler est préchauffé à (150 ± 5) °C (pendant 1 h à 2 h) ;

iv) la masse nécessaire de filler est pesée dans le cylindre préchauffé ;

v) après homogénéisation, la masse nécessaire de liant est versée dans le cylindre contenant le filler ;

vi) insérer le rouleau préchauffé dans le cylindre ;

vii) mettre le bouchon de PTFE de type 2 (Figure 3) sur le cylindre.

Si nécessaire, des portions du liant d'origine sont prélevées pour réaliser les essais d'identification.

B.2 Mélange du mastic

Poser le cylindre sur le mécanisme d'entraînement dans l'étuve de vieillissement. Démarrer la rotation du cylindre (1 tr/min) lorsque la température de l'étuve est stabilisée (5 min à 10 min). Mélanger pendant (30 ± 1) min. Oter le bouchon et prélever une portion d'environ 25 g à 30 g pour réaliser les essais d'identification sur le mastic (caractéristiques initiales du mastic).

Après cela, la procédure 6.2 ou 6.4 peut être appliquée (en remplaçant le mot "liant" par le mot "mastic").

Dans le cas de la procédure 6.2, préchauffer le cylindre pendant (35 ± 2) min avec son contenu dans une étuve à tirage forcé à (170 ± 5) °C avant de débuter au paragraphe A.3 de l'Annexe A.

Dans le cas de la procédure 6.4, arrêter le mécanisme d'entraînement et le chauffage de l'étuve. Laisser l'étuve se refroidir jusqu'à la température de l'essai de vieillissement à long terme. Retirer le cylindre de l'appareil et le laisser se refroidir avec son contenu la température d'essai (typiquement 90 °C). La température du mastic va tomber entre 90 °C et 95 °C en environ 1 h à 1 h 15 min.

Lorsque la température de l'étuve est presque redescendue à 90 °C, l'appareil lui-même est régulé à 90 °C. Continuer l'essai à partir de 6.4, mais le temps d'attente avant le démarrage de la procédure est réduit à une durée comprise entre 30 min et 35 min.

Annexe C
(informative)

Inspections et vérifications

C.1 Généralités

Les procédures d'inspection et de vérification de l'appareillage doivent être prévues. La présente annexe contient des informations sur des procédures appropriées.

C.2 Inspections de l'appareillage

Il faut vérifier la température de l'étuve, sa fidélité et le débit du gaz. La température est contrôlée à l'aide d'un thermomètre digital (Pt RTD) qui a été étalonné et vérifié. Le débit est contrôlé selon une procédure établie (et courante) ou avec des débitmètres qui ont été étalonnés et vérifiés.

La stabilité de la température est vérifiée en notant la température à intervalles réguliers pendant au moins 24 h ou – de préférence – au moyen d'un système d'acquisition des données.

Il convient d'effectuer ce type d'inspection régulièrement, par exemple une fois par an.

C.3 Étalonnage de la température à l'intérieur du cylindre

Pour déterminer la température à laquelle sont réellement portés les liants soumis à l'essai de vieillissement RCAT, employer la méthode suivante.

Après avoir introduit le rouleau, remplir le cylindre avec 500 ml d'huile pour bain chauffant résistant à 200 °C à 250 °C (l'huile de silicone ne convient pas à cet usage). Préchauffer l'ensemble cylindre + rouleau + huile dans une étuve pendant environ 4 h à la température choisie pour la vérification. Poser le cylindre sur le mécanisme d'entraînement dans l'étuve de vieillissement chauffée à la température choisie. Installer le tube d'alimentation de gaz, ainsi que la sonde thermique de façon à mesurer la température à peu près au milieu de l'huile pendant que le cylindre tourne.

NOTE La sonde thermique est attachée au tube d'alimentation de gaz en utilisant un fil métallique de telle manière que l'embout de mesurage trempe dans l'huile.

Démarrer l'étalonnage en tenant compte des conditions qui ont été choisies pour la méthode : température de l'étuve, vitesse de rotation du cylindre et débit du gaz. Pour cet étalonnage, utiliser de l'azote à la place de l'oxygène.

Lorsque la température visée est atteinte dans l'étuve, démarrer la rotation du cylindre et régler le débit d'azote.

Noter les températures de l'étuve et de l'huile à intervalles réguliers (par exemple toutes les heures) dès la stabilisation. Un système d'acquisition des données est préférable pour cette opération.

Avec ces résultats il est possible d'établir la correspondance entre la température présélectionnée de l'étuve et la température visée de l'huile, ainsi que la stabilité de ces températures.

Établir la concordance des différentes températures dans la gamme utilisée pour le type des procédures considérées. La série suivante est recommandée pour les températures réelles de l'huile (en fait les températures choisies pour la méthode de vieillissement) : 80 °C, 85 °C, 90 °C, 95 °C et 100 °C. Il est possible de réaliser la vérification à ces différentes températures à la suite l'une de l'autre.

La même chose doit être faite pour la méthode RCAT163 (conditions expérimentales prescrites).

C.4 Vérification pendant les essais

Le déroulement correct de la procédure de vieillissement est suivi en contrôlant régulièrement la température de l'étuve et le débit du gaz (au moins deux fois par jour par exemple). Ce travail peut être grandement facilité par un système d'acquisition des données.

Bibliographie

[1] Centre de Recherches routières, *Simulation du vieillissement in situ des liants bitumineux - Méthode RCAT (Rotating Cylinder Ageing Test)*, Méthode de Mesure CRR MF 70/01, Bruxelles, 2001.

[2] A. Verhasselt, *RCAT- laboratory test equipment and methods for simulation of the ageing of bitumen - Results of a European Round Robin Test with RCAT accelerated long-term ageing*, Bitumen, 4/04, C20238, pp. 161-166, Hamburg, December 2004.

[3] A. Verhasselt, *Report of the limited Round Robin Trial with the RCAT (Rotating Cylinder Ageing Test)*, Publication E40/05, Belgian Road Research Centre, Brussels, 2005.