ICS: 75.140 ; 91.100.50

norme belge enregistrée

NBN EN 12606-1

2e éd., août 2007

Indice de classement: T 54

Bitumes et liants bitumineux - Détermination de la teneur en paraffines - Partie 1 : Méthode par distillation

Bitumen en bitumineuze bindmiddelen - Bepaling van het gehalte aan paraffinewas - Deel 1: Destillatiemethode

Bitumen and bituminous binders - Determination of the paraffin wax content - Part 1: Method by distillation

Autorisation de publication: 19 juin 2007

Remplace NBN EN 12606-1 (2000).

La présente norme européenne EN 12606-1:2007 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 12

ICS: 75.140 ; 91.100.50

Geregistreerde Belgische norm

NBN EN 12606-1

2e uitg., augustus 2007

Normklasse: T 54

Bitumen en bitumineuze bindmiddelen - Bepaling van het gehalte aan paraffinewas - Deel 1: Destillatiemethode

Bitumes et liants bitumineux - Détermination de la teneur en paraffines - Partie 1 : Méthode par distillation

Bitumen and bituminous binders - Determination of the paraffin wax content - Part 1: Method by distillation

Toelating tot publicatie: 19 juni 2007

Vervangt NBN EN 12606-1 (2000).

Deze Europese norm EN 12606-1:2007 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: 12

NORME EUROPÉENNE

EUROPÄISCHE NORM

EUROPEAN STANDARD

EN 12606-1

Mars 2007

ICS 75.140; 91.100.50

Remplace EN 12606-1:1999

Version Française

Bitumes et liants bitumineux - Détermination de la teneur en paraffines - Partie 1 : Méthode par distillation

Bitumen und bitumenhaltige Bindemittel - Bestimmung des Paraffingehaltes - Teil 1: Destillationsverfahren

Bitumen and bituminous binders - Determination of the paraffin wax content - Part 1: Method by distillation

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 12606-1:2007 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 6
8 Mode opératoire 6
9 Calculs 8
10 Expressions des résultats 9
11 Fidélité 9
12 Rapport d'essai 9

Avant-propos

Le présent document (EN 12606-1:2007) 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 12606-1:1999.

La Norme européenne EN 12606 comprend 2 parties sous le titre général *Bitumes et liants bitumineux – Détermination de la teneur en paraffines.*

— *Partie 1 : Méthode par distillation*

— *Partie 2 : Méthode par extraction*

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 a pour objet la détermination de la teneur en paraffines des bitumes et liants bitumineux par la méthode DIN.

Les liants bitumineux aqueux, les liants anhydres fluxés ou fluidifiés et les liants modifiés, quelque soit leur consistance, ne font pas partie du domaine d'application de la présent méthode d'essai.

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 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*.

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

ISO 383, *Verrerie de laboratoire — Assemblages coniques rodés interchangeables*.

3 Termes et définitions

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

3.1
paraffines
mélange d'hydrocarbures cristallisant dans un mélange à volumes égaux d'éthanol et d'éther à 50 % en volume, à des températures descendant jusqu'à –20 °C obtenus par un procédé spécifique, et ayant un point de fusion supérieur à 25 °C

4 Principe

La teneur en paraffines dans les bitumes est déterminée dans le distillat obtenu à partir d'un procédé de distillation spécial.

5 Produits et réactifs

5.1 Général

Utiliser seulement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau conforme à la qualité 3 de l'EN ISO 3696:1995, sauf indication contraire.

5.2 Éthoxyéthane (diéthyléther), anhydre, auquel on fait référence dans cette norme sous le nom d' « éther ».

5.3 Éthanol, absolu.

5.4 Éthanol, qualité technique.

5.5 Essence de pétrole, avec une masse volumique approximative de 645 kg/m^3 à 15 °C et un intervalle de distillation d'environ 30 °C à 75 °C

5.6 Acétone, qualité « réactif ».

5.7 Carboglace, solide, finement pilée.

NOTE Un cryostat avec un effet refroidissant équivalent à celui de la carboglace peut être utilisé.

5.8 Glace, finement pilée.

5.9 Liquide de rinçage, mélange à 50 % en volumes d'éther et d'éthanol.

6 Appareillage

Matériel et verrerie courants de laboratoire, ainsi que :

6.1 Étuve, capable de maintenir une température de (125 ± 5) °C

6.2 Thermomètres, auxquels on fait référence dans cette norme comme :

6.2.1 Thermomètre pour échantillon : un thermomètre sur tige solide, gradué dans l'intervalle -38 °C à +50 °C, avec une subdivision tous les 1 °C ; longueur totale : (360 ± 5) mm, immersion (180 ± 5) mm, diamètre extérieur de la tige : (10 ± 0,5) mm.

6.2.2 Thermomètre de bain : un thermomètre sur tige solide, gradué dans l'intervalle –30 °C à +50 °C, avec une subdivision tous les 0,5 °C ; longueur totale (220 ± 5) mm, immersion : (50 ± 5) mm, diamètre extérieur de la tige :(8 ± 0,5) mm.

D'autres moyens de mesure de la température peuvent être utilisés à la place des thermomètres à colonne de mercure, toutefois, le thermomètre à colonne de mercure est le système de référence. Par conséquent, les moyens de remplacement doivent être étalonnés de manière à fournir des mesures identiques à celles indiquées par le thermomètre à colonne de mercure, en prenant en compte des différences de temps de réponse thermique différents comparativement à un thermomètre à mercure.

NOTE Lors des mesures et contrôles de températures constantes, tel que décrit dans la méthode d'essai, des appareils différents peuvent indiquer des cycles de variations plus importants que ceux du thermomètre à mercure, selon la durée du cycle de chauffage et la puissance de la régulation de température.

6.3 Ballon de distillation, tel que décrit sur la Figure 1, fixé avec un bouchon en liège.

6.4 Anneau de protection en tôle avec un diamètre interne approximatif de 18 mm et un diamètre extérieur de 65 mm.

6.5 Tubes d'essai, avec un bec verseur et un bouchon en liège percé ; les dimensions sont données en Figure 2.

6.6 Tubes d'essai, comportant un joint rodé mâle 29/32, et un système de connexion avec la bouteille de rinçage, lui même équipé d'un joint rodé femelle 29/32 conique selon ISO 383 ; les dimensions sont données en Figure 2.

6.7 Erlenmeyer, 100 ml, pour être utilisé comme fiole de récupération avec un bouchon en liège cranté verticalement sur toute la surface extérieure.

6.8 Fiole à vide de 500 ml, avec un système d'aspiration.

6.9 Bouteille de rinçage en verre, 500 ml.

6.10 Bain de refroidissement (voir un exemple sur la Figure 2), un bain de refroidissement différent avec la même isolation peut également être utilisé.

6.11 Entonnoir (dans le bain de refroidissement), d'un diamètre de 72 mm et d'une longueur totale de 200 mm.

6.12 Bassin d'évaporation, diamètre 80 mm, marqué à 15 mm.

6.13 Balance précise à ± 10 mg.

6.14 Balance précise à ± 2,0 mg.

6.15 Brûleur de laboratoire (voir Figure 3).

6.16 Dessiccateur.

6.17 Casserole en porcelaine ayant un diamètre de 80 mm.

6.18 Filtre rond d'un diamètre de 110 mm, pour l'analyse quantitative et le transfert : milieu fermé ou milieu à flot rapide.

6.19 Chronomètre.

6.20 Pinces

7 Échantillonnage

S'assurer que l'échantillon de laboratoire est homogène et n'est pas contaminé (voir l'EN 1425). Prendre toutes les mesures de sécurité nécessaires et s'assurer que l'échantillon d'essai est représentatif vis-à-vis de l'échantillon de laboratoire dont il est extrait (voir l'EN 58). L'échantillon de laboratoire doit être prélevé conformément à l'EN 58.

L'essai doit être mené sur deux échantillons, chacun de (25 ± 1) g, préparés selon l'EN 12594.

8 Mode opératoire

Faire fondre chaque échantillon dans un creuset en porcelaine conformément à l'EN 12594 pendant la durée minimale nécessaire pour que l'échantillon soit complètement liquide. Verser (25 ± 1) g dans le ballon de distillation (6.3) et peser à 10 mg près (masse m_B).

Chauffer le ballon de distillation à l'aide de la flamme molle d'un brûleur de laboratoire (sans cône de flamme et à la limite de la flamme éclairante), à une hauteur approximative de 150 mm, flamme qui a juste cessé d'être éclairante, de façon à ce que les premières gouttes de distillat soient produites après environ 3 min à 4 min. Mettre l'anneau de protection (6.4), légèrement ajusté sur le ballon de distillation, pour empêcher le bouchon en liège de brûler.

S'assurer que les vapeurs produites durant la distillation ont été condensées en pesant à 10 mg près l'erlenmeyer (6.7) dans lequel l'extrémité inférieure du tube de sortie du ballon, après la courbure, doit s'insérer entièrement (voir Figure 2). Celui-ci, pesé à 10 mg près, doit être immergé autant que possible dans un mélange de glace finement pilée et d'eau. La vitesse de distillation doit rester visible pour permettre d'être vérifiée.

Ajuster la vitesse de distillation de manière à ce que (15 ± 5) gouttes tombent de l'extrémité du tube dans la fiole de récupération environ toutes les 10 s.

Continuer à chauffer, sans ajustement de la flamme du brûleur de laboratoire, jusqu'à ce que la vitesse de distillation ralentisse et que plus une goutte ne tombe de l'extrémité du tube pendant une période de 10 s ou 14 min après le début de la distillation.

Continuer à chauffer pendant une minute supplémentaire avec une flamme complètement bleue jusqu'à ce que le ballon devienne incandescent.

Terminer la distillation en un maximum de 15 min. Ne pas transférer dans la fiole de distillation le condensat présent dans le tube de sortie après la distillation.

Mélanger le distillat soigneusement en le chauffant légèrement tout en remuant avec précaution la fiole de récupération.

Refroidir la fiole de récupération à température ambiante dans un dessiccateur, puis peser le distillat (masse m_D) contenu dans la fiole à 10 mg près. En fonction de la teneur en paraffines attendue, peser, à 5 mg près, 2 g à 4 g (masse m_E) du distillat chaud dans le tube d'essai (6.5).

NOTE Si la teneur en paraffines ne peut pas être estimée à l'avance, une masse initiale d'environ 3 g de distillat est recommandée.

Dissoudre la masse de distillat pesé dans (25 ± 1) ml d'éther (5.2) et ajouter (25 ± 1) ml d'éthanol (5.3).

Fermer le tube d'essai avec un bouchon percé avec le thermomètre d'échantillon (6.2.1) descendant jusque dans le liquide et placer le tube d'essai dans le bain de refroidissement. Refroidir le bain de liquide en ajoutant de la carboglace finement pilée ou avec un cryostat (voir Note en 5.7). Pour s'assurer du maintien de la température de l'échantillon à –20 °C, qui sera requise par la suite, amener la température du bain à (-22 ± 1) °C. Transférer (20 ± 1) ml du mélange de rinçage (5.9) dans le tube d'essai fixé à la bouteille de rinçage et refroidir dans le bain de refroidissement (6.10) à la température constante de (–20 ± 0,5) °C jusqu'à la fin de la filtration.

Placer le filtre rond (6.18) dans l'entonnoir se trouvant dans le bain de refroidissement, et le relier à la fiole de filtration placée elle aussi dans le bain de refroidissement. Transférer rapidement la suspension épaisse de cristaux produits à (–20 ± 0,5) °C sur le filtre. Rincer le tube d'essai avec le liquide de rinçage refroidi. Réajuster la température du liquide de rinçage à (–20 ± 0,5) °C, et l'utiliser à nouveau pour rincer la suspension de cristaux dans le filtre. Répartir le liquide de rinçage aussi uniformément que possible entre les trois opérations de rinçage.

Soutenir la filtration par une légère aspiration au cours de laquelle la pression sous vide ne doit pas descendre en dessous de 5 kPa. Sitôt que la filtration est terminée, décoller le filtre rond à l'aide de pinces et le placer dans l'entonnoir situé au dessus du bassin d'évaporation ou de l'erlenmeyer, qui a été précédemment pesé à 0,5 mg près. Dissoudre le résidu de paraffine en pulvérisant avec précaution de l'essence de pétrole chauffée sur le dessus. Dissoudre de la même façon toute paraffine qui pourrait adhérer au thermomètre ou au tube d'essai. Évaporer les filtrats mixtes dans le bassin d'évaporation au dessus du bain d'eau. Pour empêcher le liquide de déborder, réaliser l'évaporation dans un léger courant d'air. Sécher le résidu pendant (15 ± 1) min à (125 ± 5) °C dans l'étuve puis le laisser refroidir. Dès que la paraffine précédemment purifiée a refroidi sans se solidifier complètement, ajouter approximativement 15 ml d'acétone.

Dissoudre les paraffines en chauffant doucement et en remuant soigneusement le bassin d'évaporation. Compenser la perte d'acétone par évaporation. Refroidir la solution d'acétone/paraffine dans un bain d'eau à (15 ± 0,5) °C et séparer par filtration les paraffines qui ont cristallisé. Rincer le bassin d'évaporation, le thermomètre et le filtre plusieurs fois avec l'acétone portée à (15 ± 0,5) °C et provenant d'une bouteille lavée en s'assurant que le volume total du liquide de rinçage est de (30 ± 1) ml. Eliminer le liquide de rinçage.

Dissoudre les paraffines purifiées de cette manière, en les pulvérisant soigneusement avec de l'essence de pétrole et les collecter à nouveau dans le bassin d'évaporation précédemment utilisé. Puis évaporer le liquide collecté et formé de paraffines et d'essence de pétrole, dans un courant d'air chaud au dessus du bain d'eau.

Sécher les paraffines cristallisées obtenues pendant (15 ± 1) min à (125 ± 5) °C dans l'étuve, et après les avoir refroidies dans le dessiccateur, les peser (masse m_A) à 0,5 mg près.

Si la masse finale est en dehors de la fourchette de 65 mg à 85 mg, rejeter ce résultat et répéter l'essai avec une masse initiale du même distillat changée de façon approximative (masse m_E).

Si la masse initiale, qui est requise pour donner une masse finale comprise entre 65 mg et 85 mg, est inférieure à 2 g ou supérieure à 4 g, enregistrer celle-ci dans le rapport d'essai.

NOTE Pour les systèmes de refroidissement, un appareillage automatique peut être utilisé s'il donne les mêmes résultats.

Pour les essais de routine, la procédure de distillation peut être effectuée sur un échantillon de (25 ± 1) g.

En fonction de la quantité de paraffine attendue, ajouter 2 g à 4 g (par exemple 2,5 g, 3 g et 3,5 g) de distillat dans les trois tubes d'essais et les peser à 5 mg près. Poursuivre ce mode opératoire avec les trois échantillons de distillat.

Si l'une ou plusieurs des masses finales de paraffines sont comprises entre 65 mg et 85 mg, calculer la teneur en paraffines pour les deux masses, qui sont les plus proches de la moyenne dans l'intervalle compris entre 65 mg et 85 mg et si possible de part et d'autre de la moyenne. Si toutes les masses finales sont en dehors de l'intervalle compris entre 65 mg et 85 mg, rejeter les résultats et répéter l'essai avec un nouvel échantillon de (25 ± 1) g, en ajustant les masses initiales de distillat.

9 Calculs

Calculer, pour chaque échantillon, la teneur en paraffines C_p, exprimée en pourcentage de masse, en utilisant l'équation suivante :

$$C_p = \frac{m_D \times m_A}{m_B \times m_E} \times 100 \qquad (1)$$

où

m_B est la masse initiale de bitume, en grammes ;

m_D est la masse du distillat, en grammes ;

m_E est la masse initiale du distillat, en grammes ;

m_A est la masse finale des paraffines, en grammes.

Si les valeurs mesurées sur les deux prises d'essai ne diffèrent pas de plus de 0,3 % en fraction massique, déterminer la moyenne des deux valeurs. Sinon, effectuer une détermination sur une troisième prise d'essai de 25 g environ et prendre la valeur moyenne des deux valeurs les plus proches. Ces valeurs, toutefois, ne doivent pas différer de plus de 0,3 % en fraction massique. Si les deux premières valeurs sont équidistantes de la troisième, prendre cette troisième valeur.

S'il n'est pas possible d'obtenir une valeur moyenne à partir de ces trois valeurs dans les conditions prescrites, rejeter les trois valeurs et répéter l'essai sur deux autres échantillons.

NOTE Dans le cas d'essais de routine, tracer un graphe sur lequel la masse finale est placée en abscisse x et la teneur en paraffines en ordonnée y. Reporter les résultats sur ce graphe. Lire la teneur finale en paraffines à partir du graphe, lorsque la masse finale est égale à 75 mg.

10 Expressions des résultats

Exprimer la teneur en paraffines comme le pourcentage de masse, arrondis au dixième de pour cent le plus proche.

11 Fidélité

11.1 Répétabilité

La différence entre deux résultats d'essai obtenus par le même opérateur avec le même appareillage, dans des conditions opératoires identiques et sur un même produit, en appliquant correctement et normalement la méthode d'essai, ne devrait pas, sur le long terme, dépasser plus d'une fois sur vingt 0,3 % en masse absolue.

11.2 Reproductibilité

La différence entre deux résultats d'essai uniques et indépendants, obtenus par des opérateurs différents travaillant dans des laboratoires différents sur des produits identiques, en appliquant correctement et normalement la méthode d'essai, ne devrait pas, sur le long terme, dépasser plus d'une fois sur vingt 0,5 % en masse absolue.

NOTE Ces valeurs de fidélité ne sont pas automatiquement applicables aux bitumes modifiés ou aux bitumes industriels. Pour les bitumes modifiés, elles devraient seulement être utilisées comme ordre 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 de l'échantillon soumis à l'essai ;

b) une référence à la présente Norme européenne ;

c) le résultat de l'essai (voir Articles 9 et 10) ;

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

e) la date de l'essai.

Dimensions en millimètres

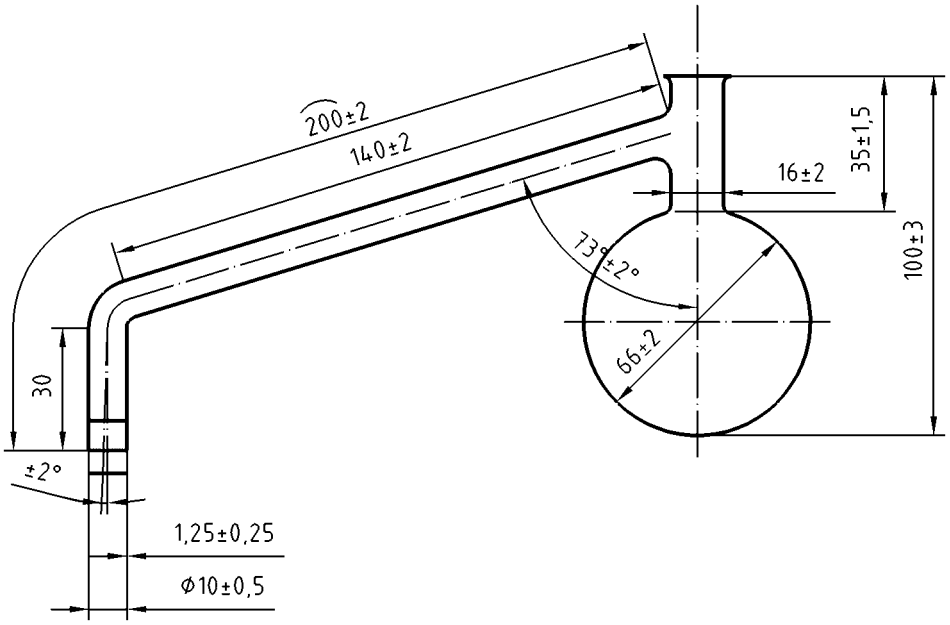
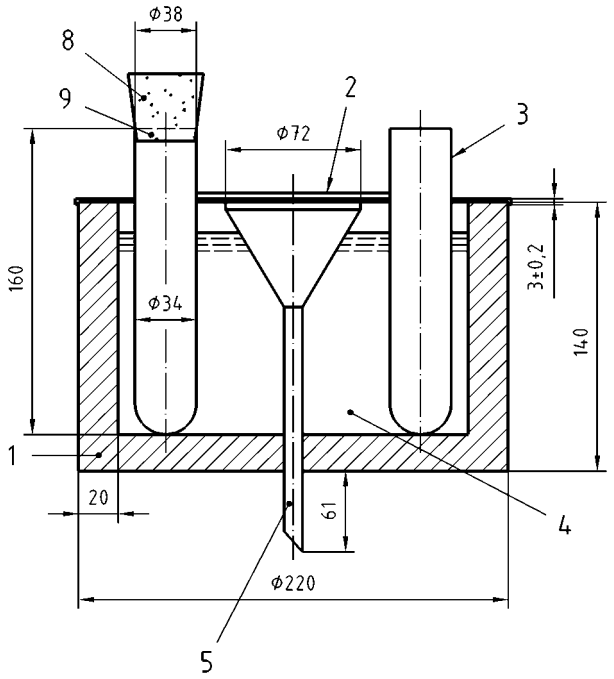
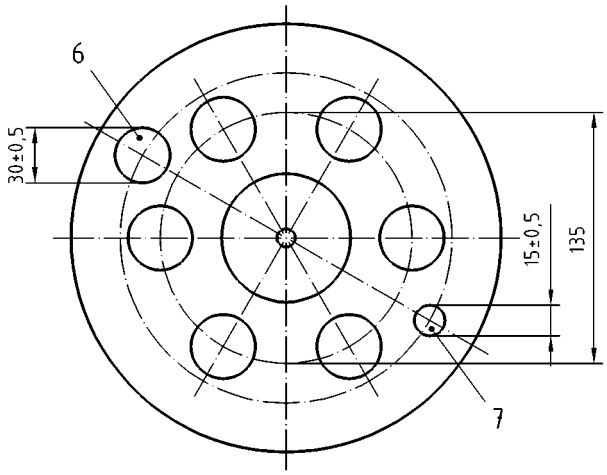


Figure 1 —Ballon de distillation pour la détermination de la teneur en paraffines

Dimensions en millimètre

En l'absence d'indication, la précision est égale à ± 1 mm

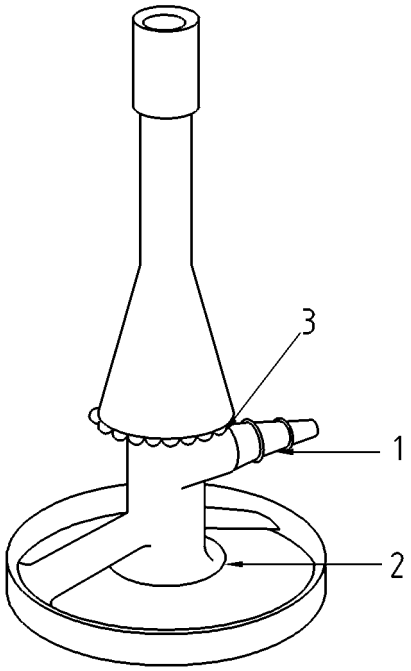




Légende

1 Coussin d'air
2 Ouverture pour l'entonnoir
3 Tube d'essai
4 Bain de liquide
5 Connecteur pour la fiole à filtrer
6 Ouverture pour l'insertion de la carboglace
7 Ouverture pour l'insertion du thermomètre
8 Bouchon de liège
9 Renforcement

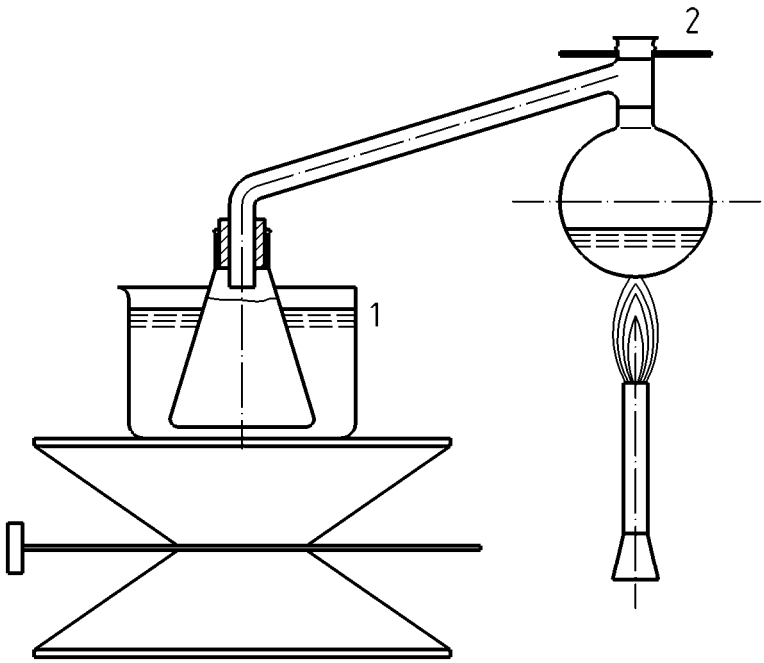
Figure 2 — Tubes d'essai, bain de refroidissement et entonnoir (exemple)



Légende

1 Tube d'arrivée de gaz
2 Injecteur
3 Régulateur d’air

Figure 3 — Brûleur de laboratoire



Légende

1 Bain de refroidissement

2 Anneau de protection

Figure 4 — Schéma de montage du dispositif de distillation