ICS: 75.140 ; 91.100.50

norme belge enregistrée

NBN EN 12607-3

2e éd., août 2007

Indice de classement: T 54

Bitumes et liants bitumineux - Détermination de la résistance au durcissement sous l'effet de la chaleur et de l'air - Partie 3 : Méthode RFT

Bitumen en bitumineuze bindmiddelen - Bepaling van de weerstand tegen verharding onder de invloed van warmte en lucht - Deel 3: RFT-methode

Bitumen and bituminous binders - Determination of the resistance to hardening under the influence of heat and air - Part 3: RFT Method

Autorisation de publication: 19 juin 2007

Remplace NBN EN 12607-3 (2000).

La présente norme européenne EN 12607-3:2007 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 12607-3

2e uitg., augustus 2007

Normklasse: T 54

Bitumen en bitumineuze bindmiddelen - Bepaling van de weerstand tegen verharding onder de invloed van warmte en lucht - Deel 3: RFT-methode

Bitumes et liants bitumineux - Détermination de la résistance au durcissement sous l'effet de la chaleur et de l'air - Partie 3 : Méthode RFT

Bitumen and bituminous binders - Determination of the resistance to hardening under the influence of heat and air - Part 3: RFT Method

Toelating tot publicatie: 19 juni 2007

Vervangt NBN EN 12607-3 (2000).

Deze Europese norm EN 12607-3:2007 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: 12

NORME EUROPÉENNE

EUROPÄISCHE NORM

EUROPEAN STANDARD

EN 12607-3

Mars 2007

ICS 75.140; 91.100.50

Remplace EN 12607-3:1999

Version Française

Bitumes et liants bitumineux - Détermination de la résistance au durcissement sous l'effet de la chaleur et de l'air - Partie 3 : Méthode RFT

Bitumen und bitumenhaltige Bindemittel - Bestimmung der Beständigkeit gegen Verhärtung unter Einfluss von Wärme und Luft - Teil 3: RFT-Verfahren

Bitumen and bituminous binders - Determination of the resistance to hardening under the influence of heat and air - Part 3: RFT Method

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 12607-3:2007 F

Sommaire

Page

Avant-propos 3
1 Domaine d'application 4
2 Références normatives 4
3 Principe 4
4 Appareillage 5
5 Échantillonnage 5
6 Mode opératoire 6
7 Calculs 8
8 Expression des résultats 8
9 Fidélité 8
10 Rapport d'essai 9
Annexe A (normative) **Caractéristiques du thermomètre** 11
Bibliographie 12

Avant-propos

Le présent document (EN 12607-3:2007) 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 12607-3:1999.

La présente Norme européenne EN 12607 comprend trois parties sous le titre général : *Bitume et liants bitumineux – Détermination de la résistance au durcissement sous l'effet de la chaleur et de l'air* :

— Partie 1 : méthode RTFOT

— Partie 2 : méthode TFOT

— Partie 3 : méthode RFT

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 qui permet de mesurer les effets combinés de la chaleur et de l'air sur un film mince de bitume ou de liant bitumineux. Elle simule le durcissement que subit un liant bitumineux au cours du malaxage dans une centrale d'enrobage.

L'essai est désigné par RFT qui signifie : Rotating Flask Test.

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.

Si la présence de composés volatils dans le liant est probable, il convient de ne pas utiliser le présent mode opératoire. Il convient de ne pas l'utiliser pour les bitumes fluidifiés ou les émulsions bitumineuses, avant la stabilisation de ces produits, réalisées par exemple conformément à l'EN 14895.

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 1426, *Bitumes et liants bitumineux – Détermination de la pénétrabilité à l'aiguille.*

EN 1427, *Bitumes et liants bitumineux – Détermination du point de ramollissement – Méthode bille et anneau.*

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

EN 12596, *Bitumes et liants bitumineux – Détermination de la viscosité dynamique par viscosimètre capillaire sous vide.*

3 Principe

Un film de liant bitumineux est chauffé dans le ballon d'un évaporateur rotatif en mouvement, à une température prescrite pendant une période donnée.

L'effet de cette rotation est tel que la surface de l'échantillon dans le ballon est constamment renouvelée afin d'empêcher la formation d'une peau.

Les effets de la chaleur et de l'air sont déterminés par la variation de masse de l'échantillon (exprimée en pourcentage) ou par un changement des caractéristiques du liant bitumineux comme la pénétrabilité (EN 1426), le point de ramollissement bille et anneau (EN 1427) ou la viscosité dynamique (EN 12596) avant et après durcissement.

4 Appareillage

Matériel et verrerie courants de laboratoire, ainsi que :

4.1 Évaporateur rotatif, comportant un ballon rond de 1 000 ml muni d'un joint rodé 29/32, et capable de maintenir une vitesse de rotation de (20 ± 5) tr/min.

NOTE Un réfrigérant et un récepteur ne sont pas exigés.

4.2 Système de régulation de débit, capable de maintenir un débit d'air de (500 ± 10) ml/min à température ambiante.

NOTE Afin d'éliminer les effets de réactions d'oxydation, l'air peut être remplacé par un gaz inerte, comme l'azote.

4.3 Débitmètre, capable de mesurer les débits d'air à une valeur de 500 ml/min, avec une erreur maximale de ± 5 ml/min.

4.4 Thermomètre, à tige solide, conforme aux prescriptions données dans l'Annexe A.

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 les différences de temps de réponse thermique.

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.

4.5 Tube injecteur d'air en verre, de longueur approximative 400 mm et de diamètre intérieur 7 mm, à monter le long de l'axe de rotation du ballon, comme mentionné sur la Figure 1.

4.6 Compresseur, ou bouteille d'air comprimé avec un détendeur.

4.7 Bain d'huile thermostaté, régulé à (165 ± 1) °C.

4.8 Étuve, capable d'atteindre des températures allant jusqu'à 120 °C au moins.

4.9 Balance, précise à ± 10 mg.

5 Échantillonnage

5.1 Généralités

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.

5.2 Préparation de l'échantillon d'essai

Préparer l'échantillon d'essai selon l'EN 12594. Préparer l'échantillon conformément à l'EN 12594. Prélever une quantité suffisante de l'échantillon de laboratoire afin de déterminer les caractéristiques du liant bitumineux avant et après l'essai de durcissement TFOT, en utilisant si nécessaire une spatule relativement chaude, et la transférer dans un récipient approprié, conformément à l'EN 12594.

L'échantillon doit être exempt d'eau. Chauffer l'échantillon dans son récipient avec un couvercle desserré, dans une étuve dont la température ne doit pas dépasser la température de l'essai moins 10 °C, pendant le temps minimal nécessaire pour rendre l'échantillon complètement fluide. Homogénéiser l'échantillon en l'agitant. Si des liants bitumineux spéciaux, des liants modifiés ou des liants bitumineux ayant un point de ramollissement élevés sont testés, il peut être nécessaire de préparer l'échantillon à une température plus élevée. Dans ce cas précis, chauffer l'échantillon conformément à l'EN 12594. Pour les bitumes modifiés par des polymères, il convient que la température ne dépasse pas 200 °C indépendamment du point de ramollissement.

5.3 Mesure

L'échantillon d'essai doit peser (100 ± 1) g.

Si cette quantité d'échantillon n'est pas suffisante pour la détermination des propriétés qui doivent être mesurées par la suite (voir Tableau 1), d'autres échantillons doivent être séparément soumis au même mode opératoire.

5.4 Mesures des caractéristiques initiales

Déterminer les caractéristiques initiales du liant bitumineux, comme par exemple :

— P_1, pénétrabilité à 25 °C (EN 1426) ;

— T_1, point de ramollissement bille-&-anneau (EN 1427) ;

— η_1, viscosité dynamique à 60 °C (EN 12596).

6 Mode opératoire

6.1 Essai pour la détermination de la variation de masse

Peser (100 ± 1) g d'échantillon dans le ballon de l'évaporateur rotatif (4.1) taré à 5 mg près et noter la masse m_0.

Après avoir laissé refroidir l'échantillon, dans un dessiccateur, à une température comprise entre 18 °C et 28 °C, déterminer la masse m_E de l'échantillon à 5 mg près.

Chauffer le bain (4.7) à la température d'essai ± 1 °C, et immerger dans le bain le ballon contenant l'échantillon. L'axe de rotation du ballon doit faire avec la verticale un angle de 45°, la partie sphérique du ballon étant complètement immergée dans le liquide du bain (voir Figure 1). Le tube d'injection d'air en verre (4.5) doit être inséré le long de l'axe de rotation du ballon, avec un espace de (40 ± 2) mm entre l'extrémité du tube et le fond du ballon. Comme il existe un risque que le ballon se détache de la pince de l'évaporateur rotatif pendant l'essai, vérifier que le ballon est solidement fixé, soit grâce à une pince fixée sur l'évaporateur rotatif, soit grâce à une attache distincte constituée par un matériau approprié (par exemple du PTFE).

NOTE La température de référence de l'essai est de 165 °C, toutefois, il est possible de le réaliser à d'autres températures.

Chauffer l'échantillon sans entrée d'air tandis que le ballon tourne à (20 ± 5) tr/min. Après (10 ± 1) min, régler le débit d'injection d'air à (500 ± 10) ml/min.

L'air ainsi admis dans le tube d'injection doit entre 18 °C et 28 °C. Pendant la durée l'essai, la température du liquide du bain doit être maintenue à la température d'essai ± 1 °C.

Après (150 ± 1) min, temps mesuré à partir du moment où l'air a été injecté, arrêter le mécanisme de rotation, couper l'alimentation d'air, et enlever immédiatement le ballon du bain. Après un léger refroidissement du ballon, essuyer l'huile adhérant à sa surface avec un chiffon saturé en solvant.

Placer immédiatement le ballon dans l'étuve (4.8), réglée à une température de (110 ± 5) °C, l'y laisser pendant (30 ± 1) min pour permettre à l'échantillon qui a été dispersé sur les parois du ballon lors de la rotation, de se rassembler au fond du ballon, et aux résidus de solvant de s'évaporer.

Laisser refroidir le ballon dans un dessiccateur pendant (90 ± 5) min, à la température ambiante comprise entre 18 °C et 28 °C. En dernier lieu, peser, à 5 mg près, le contenu du ballon pour calculer la masse m_A de l'échantillon après durcissement.

Soigneusement amener le ballon à une température de 80 °C à 90 °C au-dessus du point de ramollissement bille-&-anneau attendu (EN 1427), puis verser immédiatement l'échantillon du ballon dans les divers récipients et moules nécessaires aux essais ultérieurs. Pour les bitumes modifiés par des polymères, il convient que la température ne dépasse pas 200 °C indépendamment du point de ramollissement.

Si deux échantillons, ou plus, d'un bitume sont soumis à cette procédure, verser d'abord chaque échantillon dans un même récipient maintenu à une température ambiante entre 18 °C et 28 °C.

Après que le dernier échantillon ait été versé dans ce récipient, son contenu doit être chauffé modérément à une température permettant le versement, c'est-à-dire à une température de 80 °C à 90 °C au-dessus du point de ramollissement bille-&-anneau attendu (EN 1427), et mélanger minutieusement. Pour les bitumes modifiés par des polymères, il convient que la température ne dépasse pas 200 °C indépendamment du point de ramollissement. Quand le contenu a été soigneusement mélangé, verser immédiatement le mélange dans les récipients et les moules nécessaires aux essais ultérieurs.

Mesurer les propriétés du liant durci conformément à 6.3.

6.2 Essai sans la détermination de la variation de masse

La procédure doit être menée comme en 6.1, mais sans la détermination de la masse de l'échantillon.

Après que l'échantillon ait été soumis à l'essai de durcissement, amener le contenu du ballon à la température de coulage (voir 6.1), et verser l'échantillon dans les récipients et moules nécessaires aux essais ultérieurs.

Si deux échantillons, ou plus, sont nécessaires, le mode opératoire doit être mené comme décrit en 6.1.

Mesurer les propriétés du liant durci conformément à 6.3.

6.3 Mesures des caractéristiques du liant après durcissement

Réaliser les mesures des caractéristiques des liants durcis dans les 72 h en accord avec les délais autorisés. Eviter de réchauffer les échantillons plus d'une fois. P_2 est la pénétrabilité à 25 °C, T_2 est le point de ramollissement bille et anneau et η_2 est la viscosité dynamique à 60 °C du liant durci.

7 Calculs

Calculer la variation de masse de l'échantillon en pourcentage pour le mode opératoire 6.1 de la manière suivante :

$$\Delta m, \text{variation de masse} = 100 \times \frac{m_A - m_E}{m_E} \quad (1)$$

où

m_E est la masse de l'échantillon avant le durcissement, en grammes ;

m_A est la masse de l'échantillon après le durcissement, en grammes.

Calculer les changements des caractéristiques après l'essai de durcissement comme suit :

pourcentage de pénétrabilité restante à 25 °C = $100 \times \frac{P_2}{P_1}$ (2)

variation du point de ramollissement bille et anneau = T_2 - T_1 (en °C) (3)

rapport des viscosités dynamiques à 60 °C = $\frac{\eta_2}{\eta_1}$ (4)

8 Expression des résultats

Exprimer une perte de masse par un pourcentage, et un gain de masse par un pourcentage positif.

Les deux résultats de variation de masse en pourcentage sont considérés valables si les pourcentages massiques ne diffèrent pas de plus de 0,05 % en valeur absolue.

Exprimer la variation de masse en pourcentage massique comme la valeur moyenne, à 0,01 % absolu près, des deux déterminations valables.

9 Fidélité

9.1 Répétabilité

La différence entre deux résultats d'essais successifs 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 plus d'une fois sur vingt la valeur indiquée dans le Tableau 2.

9.2 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, déplacer plus d'une fois sur vingt la valeur indiquée dans le Tableau 1.

Tableau 1 — Fidélité

Caractéristiques	Répétabilité, *r*	Reproductibilité, *R*
% variation de masse (% absolu) (> 0,3 % et < 0,80 %)	0,15	0,20
% pénétrabilité restante à 25 °C (% pourcentage absolu)	7	10
Augmentation du point de ramollissement bille-&-anneau (°C)		
Valeurs < 6,5 °C	1,5	2,0
Valeurs ≥ 6,5 °C	3,0	4,0
Rapport des viscosités dynamiques à 60 °C (% de la moyenne)	10	20
NOTE Ces valeurs de fidélité ne sont pas nécessairement applicables dans d'autres conditions, pour des bitumes modifiés et des bitumes industriels. Pour les bitumes modifiés, il convient de les consulter seulement comme ordre de grandeur, jusqu'à ce que de nouveaux critères soient établis.		

10 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 ;

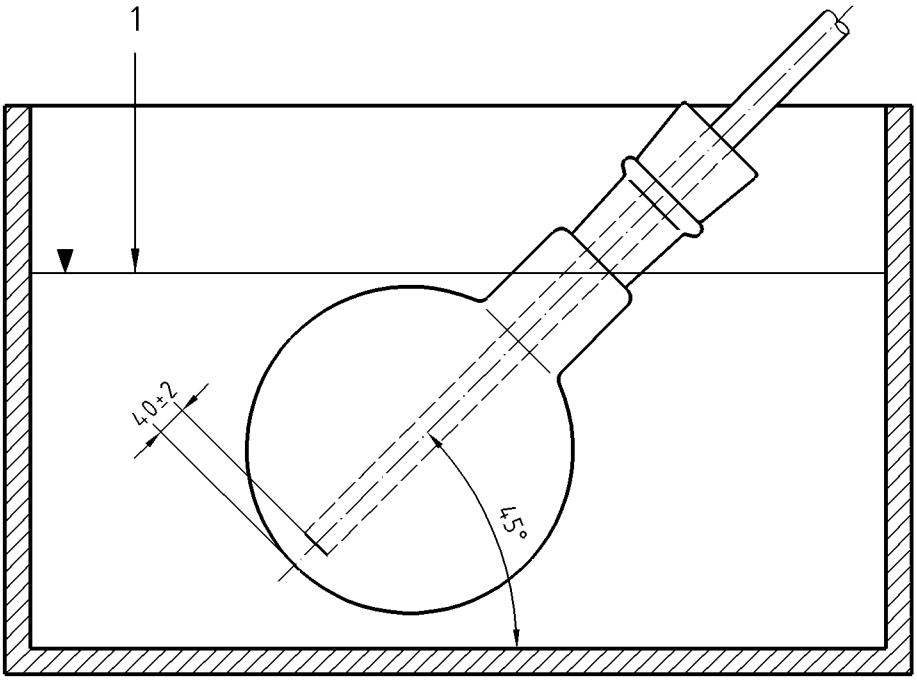
c) le résultat de l'essai (voir Article 8) ;

d) la température d’essai ;

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.

Dimensions en millimètres



Légende

1 Niveau de bain d'huile

Figure 1 — Montage du ballon pendant la rotation

Annexe A
(normative)

Caractéristiques du thermomètre

Tableau A.1

Échelle de température	°C	30 à 200
Graduations		
Subdivision	°C	0,5
Traits longs chaque	°C	1
Chiffres à	°C	5
Erreur d'échelle maximale	°C	0,3
Immersion		total
Chambre d'expansion permettant un chauffage jusqu'à	°C	250
Longueur totale	mm	390 à 400
Diamètre extérieur de la tige	mm	6,0 à 8,0
Longueur du réservoir	mm	9 à 14
Longueur du réservoir	mm	4,5 à 5,5
Position de l'échelle		
Fond du réservoir à la ligne à	°C	30
Distance	mm	75 à 90
Longueur de l'échelle	mm	245 à 280
NOTE 1 Le thermomètre ASTM 16C convient. NOTE 2 Des thermomètres à thermocouples peuvent être utilisés à condition qu'ils soient étalonnés afin de fournir le même résultat que le thermomètre à colonne émergente spécifié.		

Bibliographie

[1] EN 14895, Bitumes et liants bitumineux, Stabilisation du liant d'une émulsion de bitume ou d'un bitume fluidifié ou fluxé.