ICS: 75.140 ; 91.100.50

norme belge enregistrée

NBN EN 12607-2

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 2 : Méthode TFOT

Bitumen en bitumineuze bindmiddelen - Bepaling van de weerstand tegen verharding onder de invloed van warmte en lucht - Deel 2: TFOT-methode

Bitumen and bituminous binders - Determination of the resistance to hardening under the influence of heat and air - Part 2: TFOT Method.

Autorisation de publication: 19 juin 2007

Remplace NBN EN 12607-2 (2000).

La présente norme européenne EN 12607-2:2007 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 12607-2

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 2: TFOT-methode

Bitumes et liants bitumineux - Détermination de la résistance au durcissement sous l'effet de la chaleur et de l'air - Partie 2 : Méthode TFOT

Bitumen and bituminous binders - Determination of the resistance to hardening under the influence of heat and air - Part 2: TFOT Method.

Toelating tot publicatie: 19 juni 2007

Vervangt NBN EN 12607-2 (2000).

Deze Europese norm EN 12607-2:2007 heeft de status van een Belgische norm.

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

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

© NBN 2007

Prijsgroep: 11

NORME EUROPÉENNE

EUROPÄISCHE NORM

EUROPEAN STANDARD

EN 12607-2

Mars 2007

ICS 75.140; 91.100.50

Remplace EN 12607-2:1999

Version Française

Bitumes et liants bitumineux - Détermination de la résistance au durcissement sous l'effet de la chaleur et de l'air - Partie 2 : Méthode TFOT

Bitumen und bitumenhaltige Bindemittel - Bestimmung der Beständigkeit gegen Verhärtung unter Einfluss von Wärme und Luft - Teil 2: TFOT-Verfahren

Bitumen and bituminous binders - Determination of the resistance to hardening under the influence of heat and air - Part 2: TFOT 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 12607-2:2007 F

Sommaire

Page

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

Avant-propos

Le présent document (EN 12607-2:2007) 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 12607-2:1999.

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 TFOT qui signifie : Thin Film Oven 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 – Echantillonnage 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 12595, *Bitumes et liants bitumineux – Détermination de la viscosité cinématique.*

3 Principe

Un film de liant bitumineux est chauffé dans une étuve à une température prescrite pendant un temps défini.

Les effets de la chaleur et de l'air sont déterminés par la variation de masse (exprimée en pourcentage), et par l'évolution des caractéristiques des liants bitumineux comme la viscosité cinématique (EN 12595), mesurées avant et après le passage à l'étuve.

NOTE La pénétrabilité (EN 1426) et le point de ramollissement (EN 1427) peuvent être mesurés sur des liants plus durs avant et après le traitement à 163 °C.

4 Appareillage

Matériel et verrerie courants de laboratoire ainsi que :

4.1 Etuve, à chauffage électrique, et conforme aux exigences de performance indiquées dans le Tableau 1, permettant d'atteindre la température de 180 °C.

L'étuve doit être rectangulaire, avec une hauteur intérieure, une largeur et une profondeur de 330 mm minimum.

La porte située sur le devant doit être solidement fixée sur charnières et posséder une ouverture dégagée de la même hauteur et largeur que l'intérieur de l'étuve. Les dimensions de la fenêtre sur la porte doivent être au moins de 100 mm × 100 mm avec deux panneaux de verre séparés par une lame d'air. La fenêtre doit permettre une vision sans obstruction de l'intérieur de l'étuve afin que le thermomètre de contrôle, placé comme prescrit en 6.1 puisse être lu sans ouverture de la porte.

NOTE 1 Comme alternative, l'étuve peut être équipée d'une porte intérieure en verre à travers laquelle on peut lire le thermomètre en ouvrant la porte extérieure momentanément.

L'étuve doit être ventilée par des courants d'air de convection. Dans ce but, elle doit être munie d'orifices permettant l'entrée d'air et l'évacuation des gaz chauds, respectant les exigences du Tableau 1.

NOTE 2 Les orifices d'entrée et de sortie peuvent être de taille et de dispositions différentes à condition que les exigences du Tableau 1 soient satisfaites.

Tableau 1 — Exigences de performance pour de l'étuve TFO

Caractéristiques	Exigence
Dans l'ensemble de l'enceinte, écart par rapport à la température d'essai prescrite, pendant une période de 24 h, pour une différence entre la température ambiante et celle de l'essai supérieure à 50 °C, % maximal de l'écart.	5
Constante de temps, maximum, s	720
Taux de ventilation de l'enceinte, nombre de renouvellements d'air par heure, minimum	10

NOTE 3 Ces exigences de performances sont extraites de l'ASTM E 145 type IB (étuve ventilée par des courants de convection).

L'étuve doit être munie d'une sole tournante d'un diamètre minimum de 250 mm. La sole doit disposer d'une surface plate afin de supporter les fioles sans gêner la circulation de l'air à travers la sole lorsque celles-ci sont en place. La sole doit être suspendue par une hampe verticale et être centrée horizontalement à l'intérieur de l'étuve. La sole doit pouvoir être entraînée mécaniquement pour tourner à une vitesse de (5,5 ± 1,0) tr/min. L'axe vertical de la sole doit être situé aussi près que possible de l'axe vertical central de l'étuve, en respectant les tolérances permises en 6.1 pour la position du thermomètre.

NOTE 4 Les étuves les plus petites impliquent l'utilisation de deux fioles. On peut utiliser des étuves de taille supérieure, ayant des soles proportionnellement plus grandes qui permettent de loger un plus grand nombre de fioles. Il convient de ne placer en aucun cas plus d'une sole, correctement centrée, dans une étuve.

4.2 Thermomètre, à colonne émergente, 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, cependant, 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 comparativement au thermomètre à mercure.

NOTE Lors des mesures et contrôles de températures constantes, tel que décrit dans la présente 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.

4.3 Récipient, (dans lequel l'échantillon de liant bitumineux est soumis à l'essai), coupelle cylindrique, à fond plat, de diamètre intérieur (140 ± 1) mm et de profondeur (9,5 ± 0,5) mm en aluminium ou en acier inoxydable d'épaisseur comprise entre (0,6 ± 0,1) mm et (1,0 ± 0,1) mm.

NOTE 1 50 ml d'échantillon dans ce récipient donneront un film d'épaisseur approximative 3,2 mm.

NOTE 2 Les récipients ont tendance à se voiler et à se tordre à l'usage. Bien qu'une faible torsion n'affecte pas significativement les résultats, il est conseillé d'éliminer les fioles endommagées.

4.4 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 Caractéristiques initiales

Déterminer les caractéristiques initiales du liant bitumineux, en utilisant une méthode d'essai appropriée à sa classe, par exemple la viscosité cinématique à 60 °C, ν_1 (EN 12595).

6 Mode opératoire

6.1 Conditions expérimentales

S'assurer que l'étuve (4.1) est de niveau, de manière à ce que la sole tourne dans un plan horizontal avec une inclinaison maximale pendant la rotation n'excédant pas 3° par rapport à l'horizontale. Déterminer la température de l'étuve, avec le thermomètre prescrit (4.2) en position verticale, à un point équidistant du centre et de la bordure extérieure de la sole, le bas du bulbe du thermomètre situé approximativement à 6 mm au-dessus de la sole.

NOTE La température de référence de l'essai est (120 ± 1) °C, correspondant à la température de mélange des bitumes routiers mous. Toutefois, il est possible d'effectuer le test à d'autres températures, par exemple à (163 ± 1) °C pour les classes de bitumes plus durs.

6.2 Détermination

Peser séparément les fioles métalliques (4.3) à 1 mg près (M_0).

Verser (50,0 ± 0,5) g de l'échantillon dans chacune des deux fioles ou plus. Laisser refroidir les échantillons à température ambiante pendant environ 30 min et les peser séparément à 1 mg près (M_1).

L'étuve se trouvant à la température d'essai à ± 1 °C, placer rapidement les fioles contenant l'échantillon sur la sole tournante, fermer la porte et faire tourner la sole. Maintenir l'échantillon dans l'étuve pendant 5 h à partir du moment où la température a atteint 1 °C en dessous de la température d'essai. S'assurer qu'en aucun cas le temps total de présence de l'échantillon dans l'étuve ne dépasse 5 h 15 min. A la fin de la période de chauffage, retirer les échantillons de l'étuve.

Refroidir à température ambiante pendant environ 30 min, peser à 1 mg près chaque coupelle (M_2) et calculer la variation de masse du liant bitumineux dans chaque coupelle.

Ne pas procéder à l'essai d'échantillons différents dans la même étuve en même temps.

NOTE Lorsque l'essai complet ne peut être réalisé dans une même journée, peser les résidus et les mettre à l'abri la nuit avant de les réchauffer.

Après avoir pesé les échantillons, les replacer sur la sole dans l'étuve à la température de l'essai. Fermer l'étuve et faire tourner la sole pendant 15 min. Retirer les échantillons et vider le produit de chaque coupelle dans un récipient de 250 ml préchauffé à la température de l'essai. Mélanger minutieusement les résidus combinés, en chauffant le récipient si nécessaire.

6.3 Mesure des propriétés

Mesurer les propriétés choisies en 5.3 (par exemple la viscosité cinématique du résidu à 60 °C (EN 12595), ν_2), dans les 72 h, en évitant de réchauffer le résidu plus d'une fois.

NOTE Un réchauffage excessif de l'échantillon peut influer sur les résultats de l'essai.

7 Calculs

Calculer la variation des propriétés physiques ou des caractéristiques, après la procédure de durcissement, comme suit :

— $\Delta\nu$, rapport des viscosités cinématiques à 60 °C $= \dfrac{\nu_1}{\nu_2}$ (1)

— ΔM, variation de masse de l'échantillon en pourcentage $= 100 \times \dfrac{(M_2 - M_1)}{(M_1 - M_0)}$ (2)

où

v_1 est la viscosité cinématique avant durcissement, en millimètres carrés par seconde ;

v_2 est la viscosité cinématique du résidu en millimètres carrés par seconde ;

M_0 est la masse de la coupelle vide, en grammes ;

M_1 est la masse de la coupelle avec l'échantillon avant l'essai, en grammes ;

M_2 est la masse de la coupelle avec l'échantillon après l'essai, en grammes.

8 Expression des résultats

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

Les deux résultats de variation de masse pour les deux récipients 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 comme la valeur moyenne, à 0,01 % absolu près, des 2 déterminations valables.

NOTE Si la valeur d'une caractéristique physique est mesurée sur un échantillon après TFOT, par exemple la viscosité cinématique, exprimer le rapport des viscosités à 0,1 près. Préciser les valeurs initiales et finales de caractéristiques.

9 Fidélité

9.1 Répétabilité

La différence entre deux résultats d'essais obtenus par le même opérateur avec le même appareillage dans des conditions opératoires identiques et sur un même produit ne devrait pas, au cours d'une longue série d'essais effectués en appliquant correctement et normalement la méthode d'essai, dépasser 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, dépasser plus d'une fois sur vingt la valeur indiquée dans le Tableau 2.

Tableau 2 — Fidélité

Caractéristiques	Répétabilité, *r*	Reproductibilité, *R*
Variation de masse TFOT 120 °C[a]		
≤ 0,1 % pourcentage massique absolu	0,02 % fraction massique	0,14 % fraction massique
> 0,1 % pourcentage massique absolu	8,0 % de la moyenne	38 % de la moyenne
Rapport des viscosités dynamiques à 60 °C, TFOT 120 °C[a]		
Rapport < 1,5	6 % de la moyenne	16 % de la moyenne

[a] Ces chiffres sont basés sur l'analyse des valeurs de 16 laboratoires sur trois échantillons de bitumes routiers mous de rapport de viscosité < 1,5.

NOTE Ces valeurs ne sont pas automatiquement applicables pour des bitumes modifiés et des bitumes industriels. Pour les bitumes modifiés, elles devraient seulement être considérées comme des ordres 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 cette partie de la Norme européenne ;

c) la température de l'essai ;

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

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.

Annexe A
(normative)

Caractéristiques des thermomètres

Tableau A.1

Température de l'essai	°C	**120 °C**	**163 °C**
Échelle de température	°C	114 à 130	155 to 170
Graduations			
Subdivision	°C	0,5	0,5
Traits longs chaque	°C	1	1
Chiffres à	°C	115, 120, 125, 130	155, 160 , 165 , 170
Erreur d'échelle maximale	°C	0,5	0,5
Immersion		total	total
Chambre d'expansion permettant un chauffage jusqu'à	°C	200	200
Longueur totale	mm	150 à 160	150 to 160
Diamètre extérieur de la tige	mm	5,5 à 7,0	5,5 to 7,0
Longueur du réservoir	mm	10 à 15	10 to 15
Diamètre extérieur du réservoir	mm	5,0 au diamètre de la tige	5,0 au diamètre de la tige
Position de l'échelle			
Fond du réservoir à la ligne à	°C	114	155
Distance	mm	50 à 60	50 à 60
Longueur de l'échelle	mm	40 à 60	40 à 60
Distance de la chambre de contraction au sommet, maximale	mm	30	30

NOTE 1 Le thermomètre ASTM 13C/IP 47C convient pour la température d'essai de 163 °C.

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

[2] EN 1427, Bitumes et liants bitumineux – Détermination du point de ramollissement – Méthode Bille-et-Anneau.

[3] EN 14895:2006, Bitumes et liants bitumineux – Stabilisation du liant d'une émulsion de bitume ou d'un bitumine fluidifié ou fluxé.

[4] ASTM E 145-94 (2001), Standard Specifications for Gravity Convection and Forced-Ventilation Oven.

[5] ASTM D 1754-97 (2002), Standard Test Method for Effect of Heat and Air on Asphaltic Materials (Thin-Film Oven Test).