

08. LIANTS

**08.36. MESURE DE LA DUCTIBILITE D'UN LIANT MODIFIE
A 5°C.**

**08.37. RESISTANCE A LA TRACTION ET ALLONGEMENT A
LA RUPTURE (LIANT A BASE DE RESINES).**

**08.38. TENEUR EN PARTIES METALLIQUES
(POLYOLEFINES).**

08.39. TENEUR EN POLYETHYLENES (POLYOLEFINES).

08.40. TENEUR EN PVC (POLYOLEFINES).

08.45. ECHANTILLONAGE DE BITUME POLYMERE

08.36. MESURE DE LA DUCTIBILITE D'UN LIANT MODIFIE A 5°C.

(Référence de base: Norme NBN EN 13589, «Bitumes et liants bitumineux – Détermination des caractéristiques de traction des bitumes modifiés par la méthode de force-ductilité»).

1. BUT DE L'ESSAI

Essais d'étirage à vitesse constante jusqu'à la rupture d'un bitume de pétrole modifié, en vue d'apprécier sa résistance à la traction.

2. PRINCIPE DE LA METHODE

Mesurer l'allongement à la rupture d'une éprouvette de forme déterminée que l'on étire à une vitesse et à une température imposées.

3. APPAREILLAGE

3.1. DUCTILIMETRE

- Le ductilimètre comprend un dispositif de traction (3.1.1) et un bain d'eau (3.1.2).

3.1.1 DISPOSITIF DE TRACTION

3.1.1.1 Le dispositif de traction doit pouvoir maintenir une vitesse constante des parties mobiles de $(50 \pm 2,5)$ mm/min.

3.1.1.2 Les dispositifs de fixation situés à chaque extrémité de l'éprouvette ne doivent pas exercer, sur une partie quelconque des têtes de l'éprouvette, des contraintes localisées pouvant entraîner la déchirure ou la rupture de l'éprouvette.

3.1.1.3 Des moyens appropriés doivent permettre l'allongement de l'éprouvette, soit en suivant l'écartement des points de fixation, soit au moyen d'un extensomètre optique couvrant la plage s'étendant de 1 mm à au moins 450 mm, avec une précision de ± 1 mm.

3.1.2 BAIN D'EAU

- Bain d'eau thermostatisé, pouvant maintenir l'éprouvette et les dispositifs de fixation à la température spécifiée pendant toute la durée de l'essai, à $\pm 0,5$ °C près, et doté d'un moyen de contrôle de la température d'essai.

3.2 DISPOSITIF D'ENREGISTREMENT

- Dispositif d'enregistrement de l'allongement de l'éprouvette, exprimé en cm.

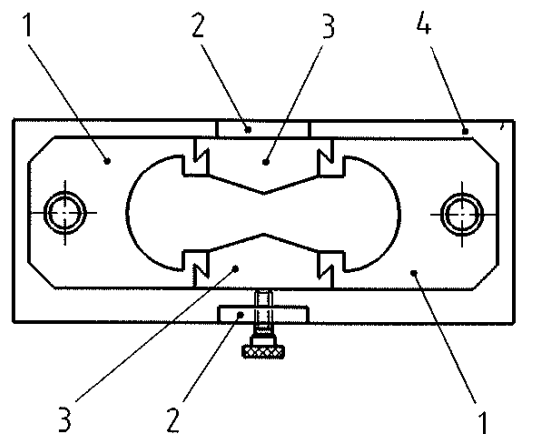
3.3 ÉQUIPEMENT DE MOULAGE DES EPROUVETTES

- Les moules doivent être en métal, être constitués de quatre parties (2 demi-parties latérales et 2 étriers), et avoir les dimensions données sur la Figure 1.
- Les extrémités des moules sont appelées étriers et sont similaires à ceux spécifiés dans l'EN 13398. Il convient que le rayon interne des étriers soit de $(15,5 \pm 0,1)$ mm, la largeur d'ouverture de $(20,0 \pm 0,2)$ mm et la longueur interne des étriers de $(22,8 \pm 0,2)$ mm.
- Au cours de l'essai, les deux étriers du moule doivent être maintenues en place par les deux pinces mobiles diamétralement opposées. Pendant l'opération de coulage des

échantillons et lors de la conservation à la température de l'essai; les moules doivent être placés sur une plaque de base, également en métal, et ils doivent être maintenus assemblés à l'aide d'une tige filetée.

3.1. MOULE.

Le moule est représenté aux figures 1 à 3. Il est fabriqué en alliage cuivre-zinc (laiton), composé de quatre parties (deux clips et deux pièces de côté) d'épaisseur $10 \text{ mm} \pm 0,1 \text{ mm}$ et dont les autres dimensions sont données à la Figure 2. Les trous des clips doivent s'adapter à l'outil de traction (voir Figure 3) sans aucun écart anormal. Pendant la préparation de l'échantillon de bitume, le moule est maintenu par une vis montée sur le socle. Le socle consiste en une tôle métallique non corrosive de $3,0 \text{ mm} \pm 0,5 \text{ mm}$.
NOTE Le moule de l'ASTM D 133 peut également être utilisé.



Légende

- 1 Clip
- 2 Préparation par pression
- 3 Côté
- 4 Plaque d'assise

Figure 1 — Moule

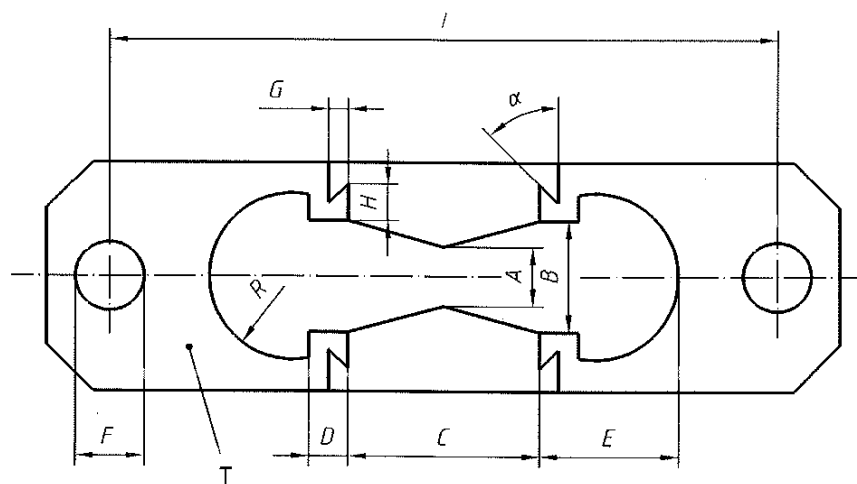
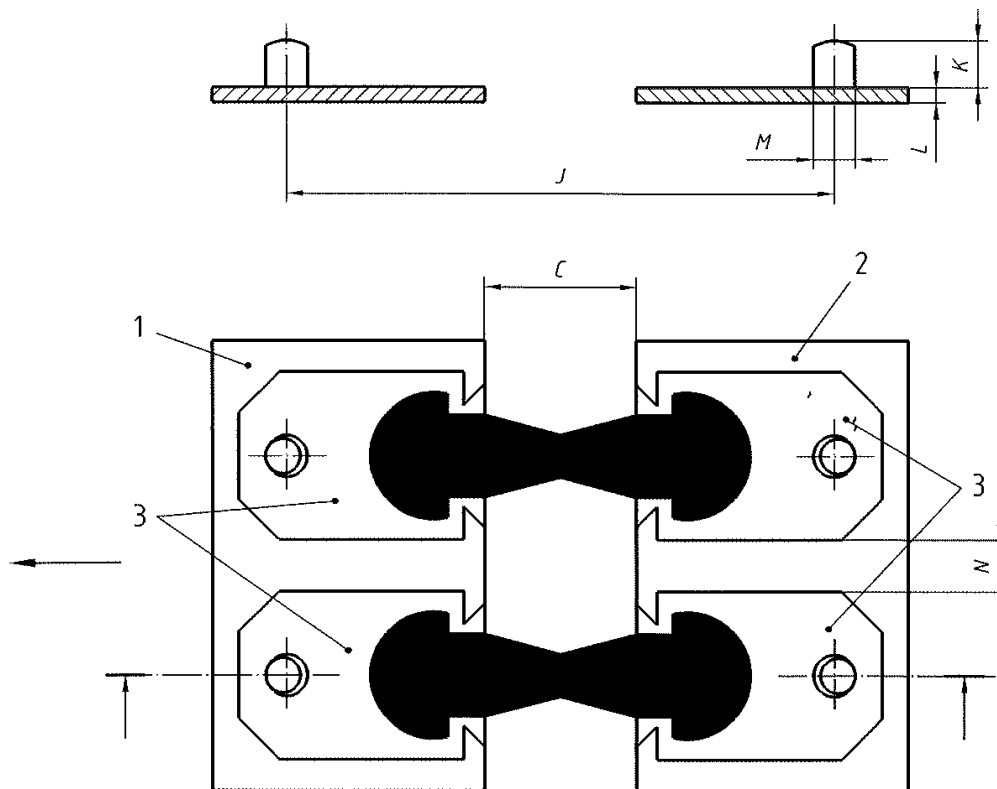


Figure 2 — Exemple de moule démontable pour préparation de l'échantillon



Légende

- 1 Côté gauche de l'extenseur
- 2 Côté droit de l'extenseur
- 3 Clip
- T Épaisseur

| Valeurs normatives (en mm) | | Valeurs non-normatives correspondant à la forme dans l'exemple des Figures 2 et 3 (en mm) | |
|-------------------------------|--------------------|---|-------------------------|
| $A = 10,0 \pm 0,2$ | $D = 7,5 \pm 0,2$ | $E = 22,5 \pm 0,3$ | $J = 109 \pm 1$ |
| $B = 20,0 \pm 0,2$ | $R = 15,0 \pm 0,2$ | $F = 10,0 \pm 0,2$ | $K = 10 \pm 1$ |
| $C = 30,0 \pm 0,3$ | $N \geq 10$ | $G = 4,0 \pm 0,1$ | $L = 3,0 \pm 0,5$ |
| | | $H = 7,0 \pm 0,2$ | $M = 8,0 \pm 0,2$ |
| | | $I = 109,0 \pm 0,5$ | $\alpha = 45,5 \pm 0,5$ |

Figure 3 — Plateau de traction avec deux échantillons dans la position initiale

4. Mode opératoire

4.1. PREPARATION ET CONSERVATION DES ECHANTILLONS.

- Prélever l'échantillon conformément à l'EN 58 et le préparer conformément à l'EN 12594. Des précisions sur l'échantillonnage sont spécifiées dans la procédure 08.45 du CME.
- Revêtir la plaque de base et la face interne des parois latérales des demi-parties du moule avec un agent de démoulage constitué d'une partie en masse de dextrine (ou de talc) et d'une partie en masse de glycérol, ou avec du silicone. Assembler les différentes parties des trois moules et les placer sur la plaque de base. Bien appuyer les deux demi-parties latérales des moules les unes contre les autres à l'aide de la vis moletée.
- Placer la quantité d'échantillon nécessaire à la réalisation de trois éprouvettes dans un récipient de fusion, puis le chauffer comme décrit dans l'EN 13398. Remplir immédiatement les trois moules en effectuant un mouvement de translation dans le sens longitudinal du moule, de façon à avoir une distribution uniforme de l'échantillon dans le moule, et jusqu'à obtention d'un ménisque convexe.
- Laisser les éprouvettes moulées pendant environ 1 h à température ambiante, puis retirer l'excès d'échantillon à l'aide d'un couteau chauffé. Rejeter toute éprouvette présentant des défauts. Placer les moules contenant les éprouvettes dans le bain d'eau maintenu à la température d'essai pendant (90 ± 10) min, avant de procéder à l'essai. L'essai doit être effectué le jour même.

4.2. REALISATION DE L'ESSAI.

NOTE 1 Si l'appareil de traction et d'enregistrement permet l'adressage individuel de plusieurs échantillons simultanément, plusieurs échantillons peuvent être testés en même temps.

- Après que les moules remplis à niveau aient été laissés à la température d'essai pendant (90 ± 10) min, transférer l'éprouvette de bitume sur les plaques de traction et retirer les côtés du moule. Puis étirer l'éprouvette à la température usuelle d'essai, à savoir $(5,0 \pm 0,5)$ °C, et à une vitesse de $(50,0 \pm 2,5)$ mm/min jusqu'à rupture. Noter l'allongement de l'éprouvette en cm.
- Comme mentionné ci-dessus, la température d'essai est généralement $(5,0 \pm 0,5)$ °C. Cependant dans les cas suivants :

5. EXPRESSION DU RESULTAT

Le résultat est la moyenne de 2 ruptures d'éprouvettes, exprimée en cm.

08.37. RÉSISTANCE A LA TRACTION ET ALLONGEMENT A LA RUPTURE (LIANT A BASE DE RÉSINES)

Réf.: ASTM D412-75 et ASTM D638-58T.

1. BUT DE L'ESSAI

Déterminer la résistance à la traction et l'allongement à la rupture sur un échantillon de liant à base de résines.

2. PRINCIPE DE LA METHODE

Un essai de traction est réalisé sur des éprouvettes de chantier obtenues par découpage d'un échantillon durci.

3. APPAREILLAGE

- calibre en acier pour découper les éprouvettes (ASTM D412-75);
- deux plateaux dont les dimensions sont de 350 x 350 mm, pourvus sur tout le pourtour d'un rebord pour réaliser une cuvette;
- machine de traction et accessoires pour déterminer l'allongement (ASTM D638-58T).

4. MODE OPERATOIRE

4.1. PRELEVEMENT DES ECHANTILLONS.

Dans les deux plateaux, prélever à la sortie de la rampe de pulvérisation une quantité d'échantillon correspondant à l'épaisseur du film appliqué sur la route. La quantité de liant à base de résine sur la chaussée est généralement de minimum 1400 g par m².

Une feuille antiadhésive peut être utilisée pour faciliter le démoulage des échantillons. Les échantillons doivent être conservés à une température comprise entre 10° et 30° C pendant 7 jours avant l'essai.

4.2. PREPARATION DES EPROUVETTES.

- Enlever l'échantillon du plateau.
- Découper des éprouvettes, suivant les spécifications ASTM D412-75, dont les dimensions répondent aux critères de la colonne Die C figure 2 et ayant l'épaisseur du film prélevé sur chantier et fourni au laboratoire (§ 4.1.)

4.3. EXECUTION DE L'ESSAI DE TRACTION

L'essai est effectué conformément aux spécifications ASTM D638-58 T, avec les conditions suivantes :.

- vitesse de traction : (5,5 ± 0,5) mm/minute (vitesse B).
- température d'essai : (23 ± 1)° C.

5. CALCUL

L'essai est réalisé sur 5 éprouvettes découpées dans un échantillon (l'autre échantillon sert de contre-essai éventuel).

La résistance à la traction est exprimée en MPa au 1/10 près.

L'allongement à la rupture est exprimé en % au 1/10 près.

6. EXPRESSION DU RESULTAT

Le résultat est la moyenne des 5 mesures réalisées.

Le rapport mentionne les résultats individuels ainsi que leurs moyennes.

08.38. TENEUR EN PARTIES METALLIQUES (POLYOLEFINES)

1. BUT DE L'ESSAI

Déterminer la quantité de parties métalliques présentes dans un échantillon de polyoléfines.

2. PRINCIPE DE LA METHODE

Le matériau est soumis à une perte au feu. Les parties métalliques constituent conventionnellement la masse recueillie après calcination.

3. APPAREILLAGE

- un four permettant d'atteindre 700°C.
- une balance permettant de peser 200 g à 0,1 g près
- un creuset non altérable à la température d'essai.

4. MODE OPERATOIRE

Soumettre le creuset à une température de $(600 \pm 25)^\circ\text{C}$. Le laisser refroidir jusqu'à masse constante et noter cette dernière (m_1) à 0,1g près.

Peser une prise d'essai de polyoléfines, préalablement séchée comme défini dans le CME 08.39, de $(90 \pm 10)\text{g}$ et la placer dans le creuset.

Peser le creuset et son contenu à (m_2) à 0,1 g près.

Placer le creuset et son contenu dans un four porté à une température de $(600 \pm 25)^\circ\text{C}$ pour calcination pendant 6 heures.

Au bout de 4 heures, vérifier qu'une pellicule de matière organique ne s'est pas formée à la surface, empêchant toute évacuation des fumées. Si tel est le cas, arrêter l'essai et recommencer le tout.

Après 6 heures de chauffe, laisser refroidir le creuset et le contenu et peser ensuite l'ensemble (m_3) à 0,1 g près.

5. CALCUL

La masse de polyoléfinés (m_{PO}) exprimée en g avec une décimale est donnée par la formule:

$$m_{PO} = m_2 - m_1$$

La masse conventionnelle des parties métalliques (m_{met}), exprimée en g avec une décimale est donnée par la formule:

$$m_{met} = m_3 - m_2$$

La teneur en parties métalliques (t_{met}) exprimée en pour cent à 0,1 % près est calculée par la formule:

$$t_{met} = \frac{m_{met}}{m_{PO}} \cdot 100$$

6. EXPRESSION DU RESULTAT

La teneur en parties métalliques est la moyenne de deux résultats ne s'écartant pas de plus de 2 % de cette moyenne. Dans le cas contraire, on recommence deux essais sur des prises différentes. Le rapport mentionne la valeur des paramètres repris dans le mode opératoire.

08.39. TENEUR EN POLYETHYLENE (POLYOLEFINES)

Références de base: RTE, Ie 09/01 27 (RTE : Recherche Technique Entreprise – SCREG, F-94382 Bonneuil sur Marne)

1. BUT DE L'ESSAI

Déterminer la teneur en polyéthylène d'un échantillon de polyoléfines.

2. PRINCIPE DE LA METHODE

La teneur en polyéthylène est conventionnellement la totalité de l'échantillon (100 %), teneurs en eau, en PVC et en imbrûlés (constitués des parties métalliques et des matières minérales).

3. APPAREILLAGE

Les mêmes appareillages que pour les méthodes d'essai CME 08.38 et 08.40.

4. MODE OPERATOIRE

Prendre un échantillon de polyéthylène de (300 ± 20) g et le peser à 0,1 g près, soit m_{PO} .

Enlever manuellement ou avec une pince à épiler les matières minérales et en déterminer la masse m_{min} .

Sur une prise de (150 ± 20) g de l'échantillon restant, procéder à la détermination de la teneur en PVC, soit t_{PVC} suivant CME 08.40.

Sur une prise de (90 ± 10) g du reste de l'échantillon, procéder à la détermination de la teneur en parties métalliques, soit t_{met} suivant CME 08.38.

5. CALCUL

La masse d'eau (m_{eau}) est déterminée par la formule :

$$m_{eau} = m_{PO} - m_{sec}$$

La masse de polyéthylène (m_{PE}) est déterminée par la formule :

$$m_{PE} = m_{PO} - m_{min} - m_{eau} - \frac{m_{PO}}{100} (t_{PVC} + t_{met})$$

La teneur en polyéthylène (t_{PE}), exprimée en pour cent à 0,1 % près est calculée par la formule :

$$t_{PE} = \frac{m_{PE}}{m_{PO}} \cdot 100$$

6. EXPRESSION DU RESULTAT

La teneur en polyéthylènes est la moyenne de deux résultats ne s'écartant pas de plus de 2 %. Dans le cas contraire, on recommence deux essais sur des prises différentes. Le rapport mentionne la valeur des paramètres repris dans le mode opératoire.

08.40. TENEUR EN PVC (POLYOLEFINES)

1. BUT DE L'ESSAI

Déterminer le taux de PVC présent dans un échantillon de polyoléfines.

2. PRINCIPE DE LA METHODE

La teneur en PVC de l'échantillon de polyoléfines est déterminée par une méthode indirecte, c'est-à-dire par différence entre la masse de l'échantillon avant dissolution dans le chlorure de méthylène, et la masse du même échantillon après dissolution.

3. APPAREILLAGE ET PRODUITS

Un extracteur type Kumagawa (figure 08.40/1) comprenant :

- un chauffe-ballon avec simmerstat,
- un ballon en verre d'1 à 2 litres de capacité,
- un décanteur Dean et Stark,
- un réfrigérant,
- un panier constitué de 3 tiges de cuivre et d'une toile de cuivre retenant des cartouches Durrieux ou Schleicher et Schull,
- un collier de serrage,
- un système de filtration sous pression ou sous vide et du papier Seitz EKS.

Une étuve pouvant être portée à 150°C.

Une balance permettant de peser à 0,1 g près.

Du chlorure de méthylène.

4. MODE OPERATOIRE

Sécher la cartouche à l'étuve à $(110 \pm 5)^\circ\text{C}$ jusqu'à obtention d'une masse constante, soit m_1 , défini à 0,1 g près.

Introduire dans la cartouche, à température ambiante, une masse de l'échantillon de polyoléfines préalablement séché tel que défini dans le CME 08.39 de $(150 \pm 20)\text{g}$. et peser l'ensemble m_2 à 0,1 g près.

Remplir le ballon jusqu'à moitié avec du chlorure de méthylène, placer la cartouche dans son panier et l'introduire dans le ballon.

Graisser les rodages de chaque élément de l'extracteur.

Monter le décanteur « Dean et Stark » et le collier de serrage. Adapter le réfrigérant et l'alimenter en eau.

Brancher le chauffe-ballon. Le système de thermostatisation doit être réglé de manière à assurer un écoulement à reflux le plus rapide possible.

Arrêter l'extraction au bout de 8 heures d'écoulement ininterrompu.

Laisser refroidir l'appareil et égoutter la cartouche. Retirer la cartouche de l'appareil et la placer dans une étuve ventilée à $(110 \pm 5)^\circ\text{C}$ jusqu'à obtention d'une masse constante, soit m_3 .

5. CALCUL

La masse de polyoléfines (m_{PO}) exprimée en g à 0,1 g près, est donnée par la formule:

$$m_{PO} = m_2 - m_1$$

La masse de PVC (m_{PVC}) extraite de l'échantillon de polyoléfines, exprimée en g à 0,1 g près, est donnée par la formule:

$$m_{PVC} = m_2 - m_3$$

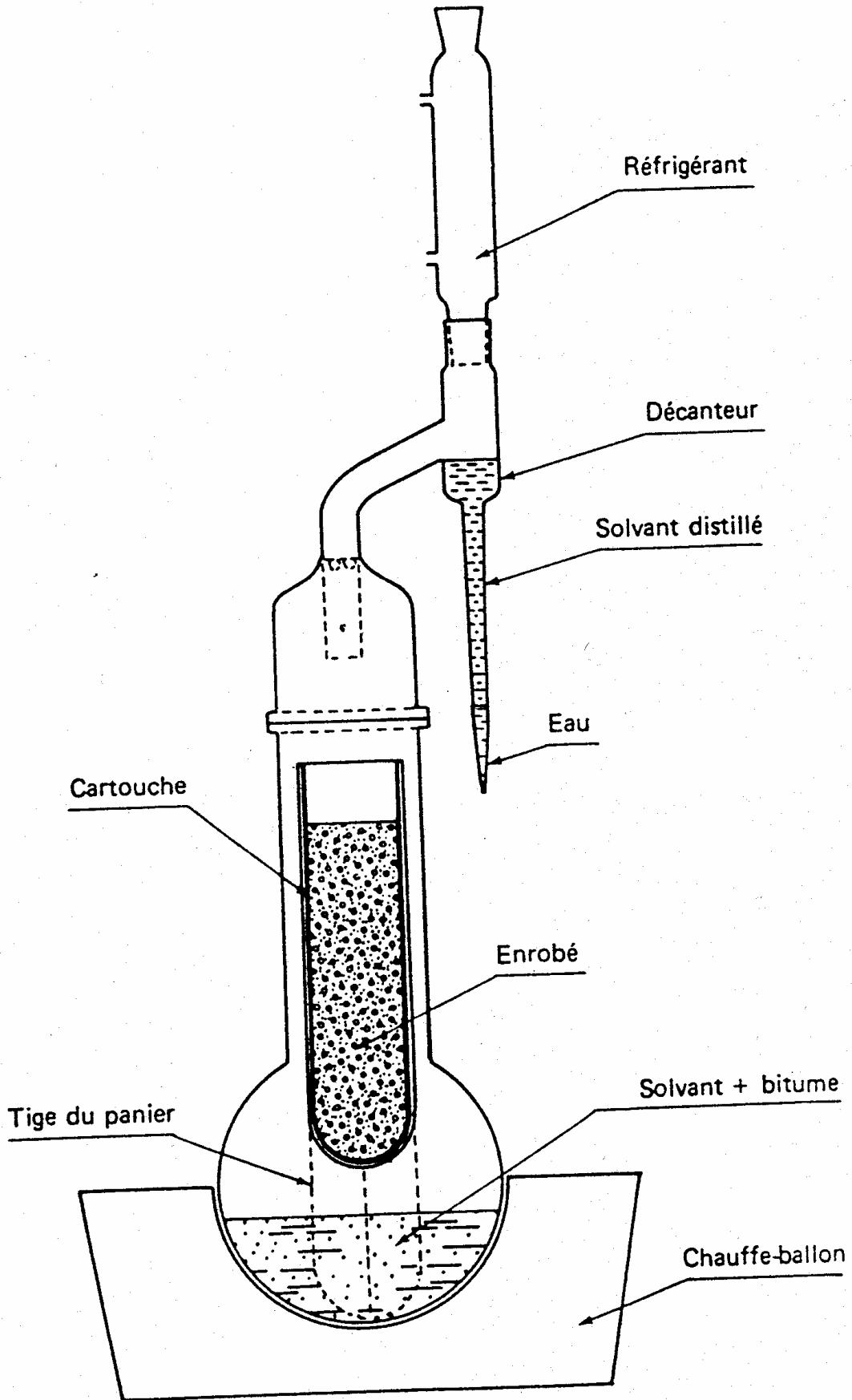
La teneur en PVC (t_{PVC}), exprimée en pour cent avec une décimale, est calculée comme suit:

$$t_{PVC} = \frac{m_{PVC}}{m_{PO}} \cdot 100$$

6. EXPRESSION DES RESULTATS

La teneur en PVC est la moyenne de deux résultats ne s'écartant pas de plus de 2 % de cette moyenne. Dans le cas contraire, on recommence deux essais sur des prises différentes. Le rapport mentionne la valeur des paramètres repris dans le mode opératoire.

FIGURE. 08.40/1



08.45. PROCEDURE POUR LA PREPARATION DES ECHANTILLONS DE BITUME MODIFIE PAR DES POLYMERES

1. Préchauffer un four ventilé jusqu'à atteindre une température comprise entre 180 °C et 200 °C. Il est très important de noter que le but poursuivi est **d'amener l'échantillon à une température de 180 °C** dans une période de 2 heures au maximum. Mesurer et noter la température du four avant d'y placer l'échantillon.
2. Après avoir ouvert la boîte de liant (1L), la placer dans le four en prenant soin de reposer le couvercle sur la boîte sans la refermer. Après 1h30, mesurer la température du liant. Si la température ne s'élève pas encore à 160 °C, passer au point 3. Si la température du liant a déjà atteint 180 °C, passer au point 4. Sinon, le liant est immédiatement remis au four pendant 30 minutes. Mesurer la température de l'échantillon (celle-ci devrait être de 180 °C) et noter le temps que l'échantillon a passé dans le four.
3. Si après 1h30, l'échantillon n'a pas atteint une température de 160 °C, il est possible de continuer à chauffer le récipient sur une plaque chauffante, avec un manteau chauffant ou grâce à une autre source de chaleur appropriée (pas de contact direct avec la flamme du bec Bunsen). Durant le chauffage, le bitume doit être mélangé de manière continue avec un agitateur mécanique à tige qui doit mélanger aussi près du fond que possible afin d'y éviter une surchauffe locale.
4. L'échantillon amené à une température de 180°C est homogénéisé par malaxage mécanique au moyen d'un agitateur à tige (placé près du fond du récipient) pendant 3 minutes et à une vitesse de mélange permettant l'obtention d'un vortex stable (pas de turbulences afin de limiter la quantité d'air introduite dans l'échantillon). Si des bulles d'air ont toutefois été introduites dans l'échantillon, suivre la procédure suivante : laisser les bulles d'air présentes s'échapper pendant 2 minutes en remplaçant l'échantillon dans le four à une température comprise entre 180 °C et 200 °C afin d'éviter qu'il ne refroidisse. Mélanger ensuite soigneusement à l'aide d'une spatule ou d'une baguette en verre.
5. Verser ensuite aussi vite que possible les quantités souhaitées de liant homogénéisé dans les récipients appropriés aux différents essais.
6. La présente procédure est unique, afin de ne pas réchauffer les échantillons.

Si, pour quelque raison que ce soit, on s'écarte de la procédure, il faut le consigner (p.ex. températures, périodes de chauffe, autre matériel utilisé pour amener les éprouvettes à 180 °C comme des manteaux chauffants ou des agitateurs chauffants,...), en donner les raisons et ajouter ces informations détaillées aux résultats de recherche.