



# Récupération de liants modifiés aux polymères issus d'échantillons d'enrobés

**Bindemittelrückgewinnung aus polymermodifiziertem  
bitumenhaltigem Mischgut**

**Recovery of polymer modified binders from asphalt samples**

**École Polytechnique Fédérale de Lausanne (EPFL)**  
**Laboratoire des voies de circulation (LAVOC)**  
**M. Pittet, chef de laboratoire**  
**Prof. A.-G. Dumont**

**Empa, Swiss Federal Laboratories for Materials Science  
and Technology, Dübendorf**  
**Dr M. Hugener**

**Projet de recherche VSS 2002/403 sur demande de  
l'association des professionnels de la route et des transports (VSS)**

**Mars 2014**

**1464**

Der Inhalt dieses Berichtes verpflichtet nur den (die) vom Bundesamt für Strassen unterstützten Autor(en). Dies gilt nicht für das Formular 3 "Projektabschluss", welches die Meinung der Begleitkommission darstellt und deshalb nur diese verpflichtet.

Bezug: Schweizerischer Verband der Strassen- und Verkehrsfachleute (VSS)

Le contenu de ce rapport n'engage que les auteurs ayant obtenu l'appui de l'Office fédéral des routes. Cela ne s'applique pas au formulaire 3 « Clôture du projet », qui représente l'avis de la commission de suivi et qui n'engage que cette dernière.

Diffusion : Association suisse des professionnels de la route et des transports (VSS)

La responsabilità per il contenuto di questo rapporto spetta unicamente agli autori sostenuti dall'Ufficio federale delle strade. Tale indicazione non si applica al modulo 3 "conclusione del progetto", che esprime l'opinione della commissione d'accompagnamento e di cui risponde solo quest'ultima.

Ordinazione: Associazione svizzera dei professionisti della strada e dei trasporti (VSS)

The content of this report engages only the author(s) supported by the Federal Roads Office. This does not apply to Form 3 'Project Conclusion' which presents the view of the monitoring committee.

Distribution: Swiss Association of Road and Transportation Experts (VSS)

## Impressum

### **Instance de recherche et équipe de projet**

#### **Direction du projet**

Prof. André-Gilles Dumont

#### **Membres**

Michel Pittet

Dr Martin Hugener

### **Commission d'experts responsable**

Commission d'experts 4.04: Bitumes et bitumes polymères.

### **Commission de suivi**

#### **Président**

Urs Schellenberg

#### **Membres**

Peter Bruhin

Blaise Graf

### **Auteur de la demande**

Association suisse des professionnels de la route et des transports (VSS)

### **Source**

Le présent document est téléchargeable gratuitement sur <http://www.mobilityplatform.ch>.

# Table des matières

<b>Impressum</b> .....	<b>4</b>
<b>Résumé</b> .....	<b>7</b>
<b>Zusammenfassung</b> .....	<b>9</b>
<b>Summary</b> .....	<b>11</b>
<b>1 Introduction</b> .....	<b>13</b>
1.1 Problématique .....	13
1.2 Situation de la normalisation .....	15
1.3 Etat de l'art .....	15
1.3.1 Le bitume .....	15
1.3.2 Modification du bitume – Liants PmB .....	16
1.3.3 Les solvants .....	16
1.3.4 Méthodes de récupération .....	16
<b>2 Enquête et inventaire</b> .....	<b>18</b>
2.1 Sélection des liants PmB .....	19
2.2 Sélection des solvants .....	20
2.3 Appareillage .....	23
2.4 Sélection des méthodes d'essais .....	24
<b>3 Plan d'expérimentation</b> .....	<b>27</b>
3.1 Phase 1 – Préparation, harmonisation des méthodes de récupération. Identification des liants de base .....	27
3.1.1 Préparation et harmonisation des méthodes de récupération .....	27
3.1.2 Sélection des essais et caractérisation des liants de base .....	29
3.2 Phase 2 - Caractérisation des liants mis en solution et récupérés, comparés avec les liants de base .....	32
3.2.1 Essai de pénétration à 25°C selon EN 1426 .....	33
3.2.2 Essai de ramollissement A&B selon EN 1427 .....	36
3.2.3 Essai de cisaillement en flexion, module G* au DSR à 1.25 Hz .....	39
3.2.4 Evaluation de la fidélité de la répétabilité selon EN 12697-3 .....	48
3.2.5 Essai de pénétration à 25°C – Mesures de fidélité de la répétabilité .....	48
3.2.6 Essai de ramollissement A&B – Mesure de fidélité de la répétabilité .....	51
3.2.7 Analyse des résultats, liants de base récupérés après mise en solution .....	54
3.3 Phase 3 – Etude sur les liants récupérés d'enrobés .....	54
3.3.1 Fabrication d'enrobé AC MR 8 en laboratoire .....	55
3.3.2 Essais sur liants récupérés d'enrobé AC MR 8 .....	56
3.3.3 Essai de pénétration à 25°C selon EN 1426 .....	56
3.3.4 Essai de ramollissement A&B selon EN 1427 .....	58
3.3.5 Essai de retour élastique selon EN 13398 .....	60
3.3.6 Détermination du module complexe au DSR selon EN 14770 .....	63
3.3.7 Visualisation de la dispersion des polymères selon EN 13632 .....	64
3.3.8 Effet du vieillissement naturel de l'enrobé conservé en vrac .....	70
3.3.9 Essai de pénétration à 25°C (EN 1426) – Fidélité répétabilité .....	70
3.3.10 Essai de ramollissement A&B (EN 1427) – Fidélité répétabilité .....	71
3.4 Phase 4 – Vérification de la teneur en solvant résiduel .....	72
3.4.1 Principe de la chromatographie sur gel perméable .....	72
<b>4 Conclusions</b> .....	<b>75</b>
4.1 Implications pour la pratique .....	75
4.2 Effet sur la normalisation. Propositions pour l'adaptation des normes .....	75
4.3 Propositions pour des recherches ultérieures .....	75

<b>Annexes.....</b>	<b>76</b>
<b>Glossaire .....</b>	<b>83</b>
<b>Bibliographie .....</b>	<b>84</b>
<b>Clôture du projet .....</b>	<b>86</b>
<b>Index des rapports de recherches en matière de route .....</b>	<b>89</b>

## Résumé

L'évaluation des propriétés mécaniques d'un revêtement après construction, constitue une partie importante du contrôle de la qualité. En particulier, l'appréciation de la modification des caractéristiques du liant par le phénomène de vieillissement thermique généré lors de la fabrication du mélange en centrale d'enrobage et jusqu'à la pose par le finisseur. Des températures très élevées sur une durée importante, sont nocives pour le liant bitumineux et peuvent conduire à un vieillissement excessif. Même avec des conditions optimisées et conformes aux normes, un vieillissement significatif est inévitable. Pour déterminer les caractéristiques du liant qui a subi des transformations par vieillissement thermique, le liant doit être extrait au moyen d'un solvant approprié d'un échantillon de revêtement prélevé, puis isolé par récupération du liant contenu dans la solution. Ce processus est défini dans les normes européennes et a été validé pour les bitumes traditionnels, non modifiés.

En raison des fortes contraintes générées par la croissance du trafic lourd, de plus en plus de bitumes modifiés par des polymères (PmB) sont utilisés pour améliorer les performances et la durabilité des superstructures routières. Bien que les PmB soient connus et utilisés depuis plusieurs décennies, la normalisation est encore insuffisante. Tous les laboratoires routiers sont impliqués dans la validation des processus d'extraction et de récupération des liants PmB, un travail qui ne peut pas être financé en regard du nombre important de produits différents. Pour de nombreux PmB, la méthode décrite dans la norme SN EN 12697-3 ne semble pas poser de problème, mais il n'est pas possible de le prouver avec certitude. Il n'est donc pas surprenant qu'en cas de résultats d'analyse imprécis ou douteux, le processus d'extraction et de récupération soit remis en question. De plus, dans certains cas de PmB fortement modifiés, la méthode ne semble pas toujours fonctionner correctement. Cette incertitude devrait être résolue par le présent projet de recherche.

Dans le programme de recherche, 11 liants PmB différents ainsi que 4 solvants ont été sélectionnés. Les liants PmB choisis étaient représentatifs du marché suisse et couvrent le spectre des propriétés des liants PmB. Les 4 solvants sélectionnés, en fonction de leur usage et toxicité acceptable, figurent dans la liste suggérée par la norme EN. En première et deuxième phases, seule la récupération des liants mis en solution a été évaluée en appliquant la méthode standard. Les propriétés des liants PmB ont été comparées avant et après récupération du liant aux moyens des différents essais tels que: la pénétration, le point de ramollissement anneau et bille, le retour élastique, le module de rigidité au rhéomètre à cisaillement dynamique (DSR) ainsi que le module de rigidité en flexion, à basses températures (BBR). Les différences mesurées entre les liants PmB de base et récupérés sont remarquablement faibles.

Dans la troisième phase, le processus d'extraction des liants PmB a été vérifié sur des enrobés de type AC MR 8, fabriqués en laboratoire. A préciser que l'évaluation de la méthode de récupération, à partir d'enrobé provenant de carottes prélevées in situ, n'a pas été effectuée. Il a été estimé que l'incidence du temps sur les résultats était négligeable par rapport aux mélanges fabriqués en laboratoire. Une sélection de 5 au lieu de 11 liants PmB représentatifs a été testée dans la troisième phase, mais des propriétés supplémentaires ont été examinées et en particulier la teneur en solvant résiduel a été déterminée. Même quelques pour mille de solvant résiduel présent dans le liant récupéré peuvent avoir une influence sur les propriétés rhéologiques et, en particulier, abaisser le point de ramollissement anneau et bille.

Les résultats obtenus montrent que pour quelques combinaisons solvant/liant des problèmes ont été relevés, contrairement aux résultats obtenus dans le cas des liants PmB de base mis en solution et récupérés. En particulier avec le dichlorométhane, dans un cas, le PmB, n'a pas pu être extrait correctement. Les propriétés des liants récupérés avec différents solvants montrent une faible différence en ce qui concerne la pénétration et le retour élastique. Pour le point de ramollissement anneau et bille, la répétabilité entre deux mesures a été insuffisante. La détermination du solvant résiduel par

chromatographie sur gel perméable (GPC) a indiqué des résidus de solvant inférieur à 0.2% en masse, dans le cas du toluène. Celles réalisées avec le perchloréthylène et le xylène ont montrés des résultats un peu plus élevés, mais toutes inférieures à 0.5% en masse. La teneur en dichlorométhane résiduel n'a pas pu être déterminée avec le détecteur UV, ce solvant n'est pas détectable dans ce domaine de mesure. En conséquence la diminution du point de ramollissement anneau et bille, causé par le solvant résiduel, devrait être inférieure à 3°C, respectivement 1°C pour le toluène. L'étude de la micromorphologie des polymères réalisée par microscopie à fluorescence (IRTF) a montré, à l'exception d'un liant, peu d'incidence sur la répartition et la restructuration des polymères dans le bitume.

En conclusion, on peut affirmer que les méthodes appliquées ainsi que les solvants utilisés pour l'extraction et la récupération du liant, à l'exception du dichlorométhane, ne montrent aucun changement significatif des propriétés déterminées, des liants récupérés. Cependant, dans le cadre de ce projet, seuls les liants présents sur le marché suisse et largement utilisés, ont été testés. Il est intéressant de constater que même avec un solvant chloré (perchloréthylène) ou aromatique à point d'ébullition élevé (xylène) on obtient des résultats similaires à ceux obtenus avec le toluène. Cependant, il faut porter une attention particulière, à ce que le solvant soit éliminé aussi complètement que possible, mais d'autre part, la contrainte thermique doit être réduite au minimum en fin de récupération. Cela nécessite un bon vide dans le ballon d'évaporation rotatif en respectant strictement les procédures, principalement dans la deuxième phase de récupération.

Extraction, récupération, liant, bitume polymère, PmB, solvants

## Zusammenfassung

Die Beurteilung der mechanischen Eigenschaften eines Belages nach dem Einbau ist ein wichtiger Teil der Qualitätskontrolle. Insbesondere ist die Veränderung des Bindemittels durch die thermischen Belastungen während des Mischens im Asphaltmischwerk und des Einbaus durch den Fertiger von Interesse. Zu hohe Temperaturen während einer längeren Zeit ist für das bitumenhaltige Bindemittel schädlich und führt zu einer übermässigen Alterung. Aber auch bei normkonformem Einbau ist eine gewisse Verhärtung nicht zu vermeiden. Um diese thermische Schädigung festzustellen muss das Bindemittel mit einem geeigneten Lösemittel aus dem Belag extrahiert werden und nachfolgend aus der Lösung zurückgewonnen werden. Dieser Prozess ist in europäischen Normen definiert und hat sich für nicht modifizierte Bitumen bewährt.

Aufgrund der hohen Belastungen durch den wachsenden Schwerverkehr werden immer mehr polymermodifizierte Bitumen (PmB) eingesetzt, um die Qualität und Lebensdauer der Strassenbeläge zu erhöhen. Obwohl PmB schon jahrzehntelang bekannt und verwendet werden, sind sie in der Normierung noch ungenügend berücksichtigt. Jedes Strassenbaulabor ist selbst verantwortlich, die Extraktion und Rückgewinnung für das zu untersuchende Polymerbitumen zu verifizieren, was aufgrund der grossen Produktpalette finanziell nicht tragbar ist. Bei vielen PmBs scheint die Methode keine Probleme zu geben, was aber nicht mit Sicherheit bewiesen werden kann. So ist es nicht erstaunlich, dass bei unklaren oder fragwürdigen Analyseresultaten der Prozess der Extraktion und Rückgewinnung in Frage gestellt wird. Zudem konnte bei einzelnen PmB, im Speziellen bei höher modifizierten Bitumen, in Einzelfällen nachgewiesen werden, dass die Methode nicht einwandfrei funktionierte, weshalb war aber nicht klar. Diese Unsicherheit sollte durch das vorliegende Forschungsprojekt behoben werden.

Im Untersuchungsprogramm wurden 11 verschiedene PmB und 4 Lösemittel einbezogen. Die PmB wurden so gewählt dass sie für den schweizerischen Markt repräsentativ waren, aber auch die Bandbreite der PmB-Eigenschaften abdeckten. Aus der Liste der in der Norm vorgeschlagenen Lösemittel wurden vier in der Schweiz oft verwendete oder bezüglich der Toxizität vorteilhafte Lösemittel ausgewählt. In der ersten und zweiten Phase wurde zuerst nur die Rückgewinnung des Bindemittels aus der Bitumenlösung genauer betrachtet. Dazu wurde das PmB in Lösung gebracht und anschliessend nach der Normmethode zurückgewonnen. Die rheologischen Eigenschaften des PmB wurde vor und nach der Rückgewinnung mit unterschiedlichen Standardmethoden wie Penetration, Erweichungspunkt Ring und Kugel, Elastische Rückstellung aber auch Modulmessungen mittels dynamischen Scherrheometer (DSR) und Kriechsteifigkeit bei tiefen Temperaturen (BBR) verglichen. Die Unterschiede zwischen Original- und rückgewonnenem PmB waren erstaunlich gering.

Für die dritte Phase wurde ein Mischgut MR 8 im Labor hergestellt, um den Prozess der Bindemittelextraktion zu verifizieren. Auf den Einbau und das nachträgliche Herausbohren von Bohrkernen wurde verzichtet, da der Einfluss auf die Extraktion und Rückgewinnung aus Bohrkernen im Vergleich zum Mischgut als vernachlässigbar beurteilt wurde. Die dritte Phase wurde nur noch mit 5 anstelle der 11 PmB durchgeführt, dafür wurden zusätzliche Eigenschaften geprüft und insbesondere der Rückstand an Lösemittel im rückgewonnenen PmB quantifiziert. Lösemittelpuren haben einen massgebenden Einfluss auf die rheologischen Eigenschaften des Bindemittels und schon wenige Promille können den Erweichungspunkt Ring und Kugel erniedrigen.

Im Gegensatz zur reinen Rückgewinnung aus der Lösung, wurden bei gewissen PmB-Lösemittelkombinationen Probleme festgestellt. Insbesondere mit Dichlormethan konnte ein Polymerbitumen nicht einwandfrei extrahiert werden. Die Eigenschaften der mit unterschiedlichen Lösemitteln rückgewonnenen Bindemittel unterscheiden sich bezüglich Penetration und Elastischer Rückstellung nur gering. Beim Erweichungspunkt Ring und Kugel wurde jedoch beobachtet, dass die Wiederholbarkeit zwischen zwei Messungen ungenügend war. Die Bestimmung des Lösemittelrückstandes mittels GPC zeigte jedoch

nur geringe Rückstände, die bei Toluol unterhalb von 0.2 Masseprozent lagen. Bei den Lösemitteln Perchlorethylen und Xylol lagen die Rückstände etwas höher jedoch alle unterhalb von 0.5 Masseprozent. Beim Lösemittel konnte methodenbedingt der Lösemittelrückstand nicht bestimmt werden, da Dichlormethan mit dem verwendeten UV-Detektor nicht sichtbar ist. Die durch das Lösemittel verursachte Erniedrigung des Erweichungspunktes Ring und Kugel sollte demnach kleiner als 3°C, respektive 1°C bei Toluol liegen. Die Untersuchungen der Polymerverteilung mittels Fluoreszenzmikroskopie zeigte mit Ausnahme eines Bindemittels keinen markanten Einfluss des Lösemittel oder der Rückgewinnungsprozedur auf die Polymerverteilung im Bitumen.

Als Schlussfolgerung kann festgehalten werden, dass die verwendeten Methoden für die Extraktion und die Rückgewinnung des Lösemittels mit Ausnahme des Dichlormethans keine signifikanten Änderungen der Eigenschaften des rückgewonnen Bindemittels zur Folge haben. Allerdings konnten im Rahmen dieses Forschungsprojektes nur die damals auf dem Markt angebotenen und in der Schweiz häufig verwendeten PmB untersucht werden. Interessant ist die Beobachtung, dass auch mit einem chlorierten Lösemittel (Perchlorethylen) oder mit dem höher siedenden Xylol vergleichbare Resultate wie mit Toluol erhalten werden können. Es ist jedoch genau darauf zu achten, dass das Lösemittel möglichst vollständig entfernt wird aber andererseits die thermische Belastung am Schluss der Rückgewinnung minimiert wird. Dies setzt ein gutes Vakuum im Rotationskolben und eine genaue Einhaltung der Prozeduren, vor allem in der zweiten Phase der Rückgewinnung voraus.

Extraktion, Rückgewinnung, Bindemittel, Polymerbitumen, PmB, Lösemittel

## Summary

The evaluation of the mechanical properties of a road surface after construction constitutes an important part of quality control, especially assessment of the modification of binder characteristics caused by the thermal ageing phenomenon generated during manufacture of the mixture at the coating plant and up until application by the finisher. Very high temperatures over a long time period are harmful for bituminous binders and may lead to excessive ageing. Even with optimised conditions complying with standards, significant ageing is inevitable. In order to determine the characteristics of the binder that has undergone changes due to thermal ageing, the binder must be extracted using an appropriate solvent from a sample taken from the road surface and then isolated by recovery of the binder contained in the solution. This process is defined in European standards and has been validated for traditional unmodified bitumens.

Owing to the severe constraints created by the increase in heavy traffic, more and more polymer-modified bitumens (PmB) are used to improve the performances and durability of road superstructures. Despite the fact that PmB have been known and used for several decades, standardisation is still inadequate. All road laboratories are involved in the validation of PmB binder extraction and recovery processes, work that cannot be financed in view of the large number of different products. For many PmB, the method described in the SN EN 12697-3 standard does not seem to pose any problems, but it is not possible to prove this with any degree of certainty. It is therefore not surprising that, in the event of inaccurate or doubtful analysis results, the extraction and recovery process should be called into question. Moreover, in certain cases of highly modified PmB, the method does not always seem to function correctly. This uncertainty should be resolved by the present research project.

In the research programme, 11 different PmB binders and 4 solvents were selected. The PmB binders chosen were representative of the Swiss market and cover the spectrum of PmB binder properties. The four solvents selected, according to their use and acceptable toxicity, appear in the list suggested by the European standard. In the first and second phases, only the recovery of dissolved binders was evaluated by applying the standard method. The properties of the PmB binders were compared before and after binder recovery via different tests such as: penetration, softening point ring and ball, elastic recovery, shear modulus measured by dynamic shear rheometer (DSR) and flexural creep stiffness at low temperatures (BBR). The differences measured between basic and recovered PmB binders are remarkably small.

In the third phase, the PmB binder extraction process was verified on type AC MR 8 asphalts, manufactured in a laboratory. It should be specified that evaluation of the recovery method, based on asphalt from samples taken in situ, was not carried out. The effect of time on the results was considered negligible in comparison with laboratory-manufactured mixtures. A selection of 5 instead of 11 representative PmB binders was tested in the third phase, but additional properties were examined and particularly the residual solvent content was determined. Even a few per mil of residual solvent present in the recovered binder may influence rheological properties and, particularly, lower the softening point.

The results obtained show that for some solvent/binder combinations problems were detected, contrary to the results obtained in the case of dissolved and recovered basic PmB binders. In particular with dichloromethane, in one case, the PmB could not be extracted correctly. The properties of binders recovered with different solvents show little difference concerning penetration and elastic recovery. For the softening point, repeatability between two measurements was insufficient. Determination of the residual solvent by gel permeation chromatography (GPC) showed solvent residues of lower than 0.2% by mass in the case of toluene. Those carried out with perchlorethylene and xylene showed slightly higher results, but all lower than 0.5% by mass. The residual dichloromethane content could not be determined with the UV detector, this solvent not being detectable in this measuring range. Consequently the reduction of the softening

point, caused by the residual solvent, should be below 3°C, and 1°C for toluene. The study of the micromorphology of polymers carried out by fluorescent microscopy (IRTF) showed, with the exception of one binder, little effect on the distribution and restructuring of polymers in the bitumen.

In conclusion, it can be confirmed that the methods applied and solvents used for binder extraction and recovery, except for dichloromethane, show no significant change in the determined properties of the recovered binders. However, within the framework of this project, only binders that are available on the Swiss market and widely used were tested. It is interesting to note that even with a chlorinated solvent (perchloroethylene) or high boiling point aromatic solvent (xylene) similar results are obtained to those obtained with toluene. However, special care must be taken that the solvent is eliminated as completely as possible, but on the other hand, thermal stress must be reduced to a minimum at the end of the recovery process. This requires the creation of a good vacuum in the rotary evaporator reservoir by strictly respecting procedures, primarily in the second recovery phase.

Extraction, recovery, binder, polymer bitumen, PmB, solvents

# 1 Introduction

## 1.1 Problématique

Il est généralement admis que la problématique de la récupération des liants modifiés par des polymères (PmB) est principalement liée à la composition du bitume PmB, au type de solvant utilisé ainsi qu'aux conditions d'essai. En l'absence d'une norme dédiée spécifiquement aux liants PmB, les conditions d'essais issus de la norme SN 670 403-NA EN 12697-3, spécifiques aux bitumes non modifiés, ont été conventionnellement étendues aux liants PmB, ce qui est le cas pour la Suisse. Il est avéré que la procédure de récupération peut entraîner une modification significative de la micromorphologie des liants polymères. Celle-ci peut être mise en évidence par l'évolution des propriétés rhéologiques, notamment par la variation de la valeur du point de ramollissement bille-anneau avant et après récupération d'un liant PmB ou par l'observation de la transformation de sa micromorphologie.

Une étude menée conjointement par le LAVOC et par le laboratoire IMP Bautest ([1] Pittet M, Angst Ch., 2002) pour l'évaluation de la méthode de récupération CEN a révélé les difficultés rencontrées lors de la récupération de liants polymères. En utilisant cette méthode, il a été constaté une moins bonne répétabilité et reproductibilité des résultats dans le cas de la récupération de liants PmB contenant des plastomères comparé aux valeurs obtenues avec un échantillonnage de liants élastomères.

Une autre étude effectuée par le LAVOC sur l'évolution morphologique de liants modifiés à différents stades de vieillissement ([2] Pardon P, Pittet M, Dumont A-G, 1996) a mis en évidence :

- l'incidence du type de solvant. En effet, selon le type de solvant utilisé il peut y avoir une modification significative de la micromorphologie de certains liants polymères
- l'incidence de la méthode de récupération utilisée. Pour certaines d'entre elles, il a été constaté qu'à certains stades de la récupération, il y a modification de la micromorphologie de certains liants modifiés.

Il faut aussi relever l'effet de la mise en solution du liant, et en particulier celle, partielle, du polymère. Certains polymères se révèlent en effet plus difficiles à mettre en solution, donc à récupérer.

L'optimisation d'une méthode de récupération adaptée aux liants polymères, principalement ceux utilisés en Suisse s'avère donc essentielle pour vérifier la micromorphologie des liants polymères des structures en place, et partant, leur évolution depuis la fourniture du liant.

Une autre question ouverte concerne la présence de résidus de solvant après récupération, son évaluation, et jusqu'à quel dosage les résidus de solvant n'ont pas d'effets significatifs sur les propriétés rhéologiques du liant concerné.

Il convient donc d'évaluer dans quelles proportions une modification physico-chimique du bitume polymère est suffisamment faible pour ne pas influencer de manière significative les caractéristiques rhéologiques et mécaniques du liant récupéré.

Les travaux menés dans cette recherche tentent de répondre, en particulier aux questions suivantes:

- le type de solvant utilisé a-t-il une incidence, sur les caractéristiques rhéologiques et mécaniques des liants récupérés et quel type de solvant semble le mieux adapté?

- les paramètres d'essais décrits dans la norme SN 670 403-NA EN 12697-3, sont-ils applicables à la récupération des liants PmB sans modifications ou doivent-ils être adaptés en fonction de la particularité de certains liants ?
- doit-on développer une procédure de récupération spécifique aux liants PmB ?
- peut-on identifier des types de liants PmB "difficiles" à récupérer ?
- les essais classiques de pénétration et de détermination du point de ramollissement anneau et bille et de retour élastique, sont-ils appropriés pour vérifier les caractéristiques du liant récupéré ?

## 1.2 Situation de la normalisation

La norme européenne EN 12697-3:2005, respectivement la norme suisse SN 670 403a-NA: "Mélanges bitumineux - Méthodes d'essai pour mélange hydrocarboné à chaud – Partie 3: Récupération des bitumes: Evaporateur rotatif", sur lesquelles est basé ce travail de recherche, décrivent une méthode de récupération du liant soluble contenu dans un enrobé bitumineux. Ce liant récupéré est destiné à des essais complémentaires. Il s'agit de la méthode de référence pour des sortes d'enrobés contenant des bitumes routiers traditionnels, actuellement en révision. Une extension de la méthode est provisoirement recommandée pour la solution d'extraction des bitumes modifiés aux polymères conformes à l'EN 14023 "Bitumes et liants bitumineux – Cadre de spécification des bitumes modifiés par des polymères" dans l'attente des résultats du présent mandat de recherche qui permettra d'adapter les conditions d'essais aux liants PmB ou de développer une nouvelle méthodologie. A préciser qu'une nouvelle version de la norme EN 12697-3 a été publiée en mai 2013. Une modification de la méthodologie permet de diminuer le taux d'oxydation par utilisation d'azote, en remplacement d'air, lors des phases de mise en pression et de restitution de la pression ambiante en fin d'essai.

## 1.3 Etat de l'art

### 1.3.1 Le bitume

#### Composition générique du bitume

Les bitumes sont constitués par deux groupes principaux: d'une part les asphaltènes, de haut poids moléculaires, qui composent la fraction insoluble du bitume et d'autre part que les maltènes, de bas poids moléculaires, composés des résines, des huiles aromatiques et des huiles saturées.

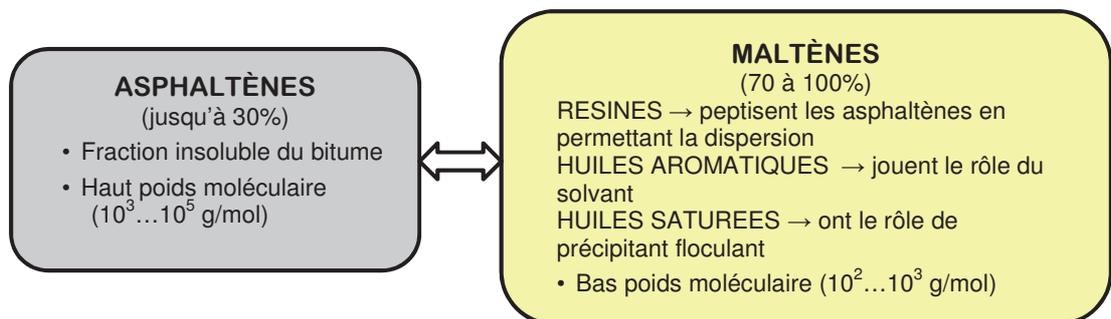


Fig. 1.1 Constitution du bitume

Le bitume est une dispersion colloïdale des asphaltènes dans les huiles aromatiques, grâce aux résines.

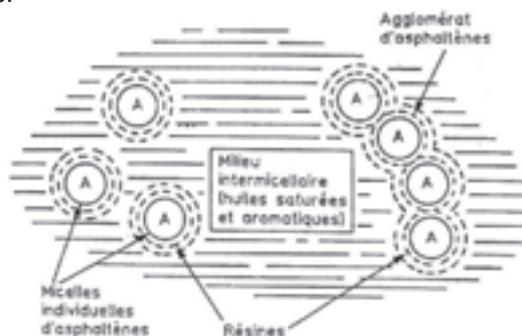


Fig. 1.2 Schématisation de la structure colloïdale d'un bitume

Selon la composition chimique, les concentrations respectives des constituants du bitume et la température, l'équilibre colloïdal va changer en conférant au bitume des comportements rhéologiques différents. L'état d'équilibre des bitumes détermine leur comportement rhéologique ainsi que les variations de ce dernier avec la température. Il résulte d'un équilibre physicochimique entre les composants qui peut être caractérisé par un indice d'instabilité colloïdale  $I_c$  :

$I_c = [(Saturées) + (Asphaltènes)] / [(Résines) + (Aromatiques)]$  aussi appelé par convention: groupe SARA. Plus  $I_c$  est élevé et plus le bitume a une structure instable.

### 1.3.2 Modification du bitume – Liants PmB

En application routière les performances exigées dépassant parfois les limites des bitumes purs, on fait parfois recours aux polymères comme agents modifiants permettant d'améliorer les performances et surtout de diminuer la susceptibilité thermique. Le mécanisme de modification du bitume advient à travers l'absorption par le polymère, des maltènes constitués par les résines, les huiles aromatiques et les huiles saturées. Certains polymères peuvent absorber des constituants du bitume jusqu'à 9 fois leur volume. Il se constitue alors deux phases distinctes: dont une riche en polymère, qui est modifiée par l'absorption d'une partie des maltènes, et l'autre riche en asphaltènes, contenant tous les constituants du bitume qui n'ont pas été absorbés par le polymère, en particulier les asphaltènes. Les propriétés du liant dépendent de l'importance relative de ces deux phases et de leur répartition spatiale à l'échelle microscopique.

La modification des bitumes par des polymères peut conduire à deux systèmes distincts, dans le premier cas, le polymère se trouve plus moins dispersé dans la phase bitume, dans le second cas, la phase polymère devient la phase continue dans laquelle le bitume est plus ou moins finement dispersé. Le niveau de dispersion du polymère ainsi que la micromorphologie ont une influence importante sur les propriétés physiques du liant. Les micromorphologies observables dépendent de la composition générique du bitume de base, de la masse moléculaire et de la teneur en polymères, de la polarité, de la température, de l'énergie de cisaillement pour disperser le polymère et du temps de maturation mis en œuvre lors de la fabrication des PmB.

### 1.3.3 Les solvants

Un solvant est un liquide qui a la propriété de dissoudre, de diluer ou d'extraire d'autres substances sans provoquer de modification chimique de ces substances et sans lui-même se modifier.

Dans le cas de la récupération du PmB, le solvant a la fonction de dissoudre complètement le bitume et le polymère, afin que l'on puisse séparer le liant des minéraux. Pour cette fonction la polarité du solvant est le paramètre crucial, la polarité du solvant et du liant doit être similaire. Les bitumes ont une faible polarité, car ils sont composés en majeure partie de molécules d'hydrocarbures aromatiques et non aromatiques faiblement modifiés des groupes polaires. C'est pourquoi les solvants très polaires comme l'eau ou les alcools simples et les solvants très apolaires ne réussissent pas à dissoudre complètement les liants bitumineux. Il faut plutôt une polarité médiocre comme celle des solvants chlorés ou aromatiques. Malheureusement ces solvants présentent des risques pour la santé et l'environnement.

### 1.3.4 Méthodes de récupération

Pour caractériser les liants à partir d'échantillons d'enrobé (contrôles, études, expertises, etc.) et plus particulièrement pour apprécier l'évolution du vieillissement ayant une incidence sur les caractéristiques rhéologiques, il est important de disposer d'une méthode d'extraction et de récupération des bitumes modifiés qui minimise les effets du vieillissement et de modification de la micromorphologie du liant. Les méthodologies actuellement utilisées dans les laboratoires ont toutes été développées pour les liants purs. La méthode décrite dans la norme SN 670403a-NA "Liants bitumineux, prescriptions d'essai – Récupération du liant résiduel provenant d'extractions", a été

développée et améliorée à travers divers mandats de recherche ([3] Fetz E, Grimm C, 1976) ([4] Fetz E, Grimm C, 1987) ([5] Rohr Ch, Dumont A-G, 1991) ([1] Pittet M, Angst Ch., 2002) qui ont permis de mettre au point un procédé de récupération satisfaisant, du point de vue de la précision des résultats obtenus (répétabilité et reproductibilité), ainsi que de la simplicité et de la rapidité de réalisation. Cette méthode utilise le toluène comme solvant, en conformité avec les conditions spécifiées dans la norme EN 12697-3. Les paramètres principaux de la méthodologie de récupération sont brièvement résumés ci-après.

L'essai de récupération du liant est réalisé au moyen d'un évaporateur rotatif avec une méthode opératoire dont les paramètres d'essais, tous définis, sont les suivants :

- le type de solvant utilisé est du toluène avec un point d'ébullition de 110.6°C.
- l'application de la norme est basée sur la récupération d'une masse de bitume résiduelle comprise entre 120 et 150 g.
- une 1ère phase de distillation (réduction de la solution) avec comme paramètres: température du bain d'huile  $145 \pm 1$  °C; pression de 40 à 50 kPa; vitesse de rotation  $60 \pm 5$  t/min.
- une 2ème phase (évaporation du solvant résiduel) avec comme paramètres: température du bain d'huile  $145 \pm 1$  °C; pression de  $1.9 \pm 0.1$  kPa; vitesse de rotation  $60 \pm 5$  t/min; une durée de réduction de pression (40 à 1.9 kPa) durant une période de 2 min. Un maintien de ces conditions d'essais durant  $20 \text{ min} \pm 30 \text{ sec}$ .

A signaler que la norme ([20] Norme EN 12697-3, 2000) a fait l'objet d'une modification en 2005, elle concerne la masse du liant récupéré qui a été diminuée à 120-150 g suite à la publication du mandat de recherche ([1] Pittet M, Angst Ch., 2002) qui a mis en évidence la problématique d'une masse de liant plus élevée, sur la précision des résultats obtenus. D'autre part, il a été démontré que l'histoire thermique respectivement la procédure de refroidissement peuvent avoir une influence significative sur la restructuration de la micromorphologie et mener à des résultats sensiblement différents. Il faut aussi préciser que dans les dernières années de plus en plus d'extracteurs automatiques, employant des solvants chlorés en remplacement du toluène, sont utilisés en raison de leurs faibles explosivité et incombustibilité.

Les essais inter-laboratoires ROBIN, réalisés par l'association suisse des laboratoires accrédités d'essais des matériaux pour la construction routière, ont démontré que pour les liants non modifiés ces solvants peuvent donner des résultats similaires en ce qui concerne la pénétration et la température anneau et bille.

## 2 Enquête et inventaire

Pour la significativité de la recherche il était important d'effectuer une sélection des liants PmB les plus couramment utilisés en Suisse. Les liants PmB représentatifs du marché suisse ont été inventoriés, puis les fournisseurs majeurs opérant en Suisse contactés (fournisseurs actifs en 2006) :

*Tab. 2.1 Liste des 21 fournisseurs de liants PmB répertoriés sur le marché Suisse en 2006*

AGIP (SUISSE)	APPIA (SUISSE)
ASPHALTEX	COLAS (SUISSE)
BITEX BIMOID AG	PRODO
ESSO SCHWEIZ	TECVIA
EUPHALT	AVIA GRISARD
NEUTEERBIT SALMSACH	BP (SWITZERLAND)
PETROPLUS	CTW STRASSENBAUSTOFFE
STRABIT	NYNAS SCHWEIZ
STRAG	SHELL (SWITZERLAND)
VEDAG	TOTALFINAELF (SUISSE)
VILLAS AUSTRIA	

Les 6 fournisseurs suivants ont donc été sélectionnés sur la base de la complémentarité des produits proposés :

- AVIA GRISARD AG
- BP SCHWEIZ
- NYNAS SCHWEIZ
- PRODO / CTW
- SHELL SCHWEIZ
- TECVIA / COLAS

Un questionnaire leurs a été soumis demandant les informations de base de chaque liant modifié, avant de procéder à une sélection (voir documents annexes).

Les informations demandées sont les suivantes :

- types de liants PmB produits
- types de polymères utilisés (y.c. teneur en polymères)
- fiche technique des liants PmB produits
- prescriptions techniques
- classe européenne des bitumes (conformément à la norme EN 14023)
- pourcentage de liants PmB produits
- pourcentage estimé du marché suisse
- méthode spéciale d'extraction et/ou de récupération spécifique aux liants PmB

## 2.1 Sélection des liants PmB

Les liants sélectionnés ont été codés pour assurer la confidentialité et figurent dans le tableau ci-après. Des informations supplémentaires ont été demandées comprenant :

- une éventuelle procédure de réchauffage existante, spécifique au type de liant,
- la fiche - technique des caractéristiques des liants.

*Tab. 2.2 Liste des liants sélectionnés codés et valeurs typiques*

Valeurs typiques selon producteurs				
Code PmB	Dénomination EN (SN) Classe selon EN14023	Pen [ $10^{-1}$ mm]	A&B [°C]	Polymères. Additifs
A	PmB 65/105-45 (C)	77.5	57	SBS
B	PmB 45/80-65 (E)	64	75	SBS
C	PmB 65/105-60 (E)	80	72	SBS
D	PmB 45/80-50 (C)	55	55	SBS
E	PmB 40/80-65 (E)	60	min. 85	SBS-EVA
F	PmB 10/40-70 (E)	min. 10	min. 75	SBS-EVA, cire
G	PmB 65/105-60 (E)	75	70	SBS
H	PmB 25/55-65 (E)	35	72	SBS, cire
I	PmB 45/80-65 (E)	59	69	SBS
J	PmB 50/100-65 (E)	78	74.8	SBS
K	PmB 25/55-55 (C)	40	63	SBS

On notera un resserrement des types de polymère sur le SBS. L'étude de planches comparatives menée en Valais dès 1982 avait montré une beaucoup plus grande diversité avec des SBS mais aussi des EVA, copolymères, etc.

## 2.2 Sélection des solvants

La norme EN 12697-3:2005 propose sept solvants appropriés à la récupération du bitume mais tolère aussi d'autres solvants, si on peut démontrer que les résultats sont équivalents. Ces solvants ont fait l'objet d'une recherche plus approfondie sur leurs caractéristiques, ainsi que sur les risques émanant de leur usage.

Le choix des solvants retenus est le résultat d'un compromis entre leur efficacité et leur toxicité. Les solvants non retenus en fonction de leur toxicité très élevée et de leur dangerosité sont :

- le benzène
- le trichloréthylène

Le trichloroéthylène est régulièrement utilisé avec des extracteurs automatiques, en circulation fermée, malgré les indications toxiques envers la santé, (cancer, maladie de Parkinson) ([14] Lock, E. A., Zhang, J., & Checkoway, H., 2013) ([15] Goldman, S. M., Quinlan, P. J., Ross, G. W., , 2012). Pour cette raison le trichloroéthylène n'a pas été inclus dans cette recherche. Récemment l'UE a classifié le trichloroéthylène comme cancérogène (1B) dès avril 2013 ([16] Verordnung (EU) Nr.348, 2013). Une utilisation est possible uniquement en circulation fermée et doit faire l'objet d'une autorisation ([17] Dow Europe GmbH, 2013). Il faut signaler que le 1.1.1 trichloroéthane (methylchloroforme), n'est plus autorisé dans l'Union Européenne depuis le 1er janvier 1996.

Les 4 solvants potentiellement utilisables sont :

- le dichlorométhane (chlorure de méthylène)
- le toluène
- le tétrachloroéthylène (perchloréthylène)
- le xylène.

Quelques caractéristiques principales ainsi que les codes d'identifications sont résumés dans les tableaux suivants:

*Tab. 2.3 Caractéristiques des solvants proposées dans la norme EN 12697-3*

Désignation	Formule brute	MVR [g/cm <sup>3</sup> ]	Point d'ébullition [°C]
*) 1.1.1 Trichloroéthane (methylchloroforme)	C <sub>2</sub> H <sub>3</sub> Cl <sub>3</sub>	1.34	74.1
Benzène	C <sub>6</sub> H <sub>6</sub>	0.88	80.1
Dichlorométhane	CH <sub>2</sub> Cl <sub>2</sub>	1.33	40
Tétrachloroéthylène (Perchloréthylène)	Cl <sub>2</sub> C-CCl <sub>2</sub>	1.62	121
Toluène	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> -CH <sub>3</sub>	0.86	110.6
Trichloréthylène	C <sub>2</sub> HCl <sub>3</sub>	1.46	87
Xylène	C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> (-CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	0.86	138

Tab. 2.4 Risques des solvants proposés selon norme EN 12697-3

Désignation	Classification des substances dangereuses selon UE (Directive 67/548/EEC)	
	Phrases R (Phrases de Risques individuelles ou combinées)	Phrases S (Conseils de prudence)
1.1.1 Trichloroéthane (méthylchloroforme)	R19 R20 R40 R59 R66	S9 S16 S24 S25 S46 S59 S61
Benzène	R : 11, 36/38, 45, 46, 48/23/24/25, 65,	S : 45, 53,
Dichlorométhane	R : 40,	S : 2, 23, 24/25, 36/37
Tétrachloroéthylène (Perchloréthylène)	R : 40, 51/53,	S : 2, 23, 36/37, 61
Toluène	R : 11, 38, 48/20, 63, 65, 67,	S : 2, 36/37, 62,
Trichloréthylène	R : 36/38, 45, 52/53, 67,	S : 45, 53, 61,
Xylène	S 10-20/21-38	S (2)-25

Tab. 2.5 Définitions des phrases de risques R selon directive 67/548/EEC

Phrases R	Définition
R51-53	Toxique pour les organismes aquatiques, peut entraîner des effets néfastes à long terme pour l'environnement aquatique.
R67	L'inhalation de vapeurs peut provoquer somnolence et vertiges
R36-38	Irritant pour les yeux et la peau.
R52-53	Nocif pour les organismes aquatiques, peut entraîner des effets néfastes à long terme pour l'environnement aquatique.
R11	Facilement inflammable.
R63	Risque possible pendant la grossesse d'effets néfastes pour l'enfant.
R65	Nocif: peut provoquer une atteinte des poumons en cas d'ingestion.
R67	L'inhalation de vapeurs peut provoquer somnolence et vertiges.
R48/20-65	Nocif: risque d'effets graves pour la santé en cas d'exposition prolongée par inhalation.
R38	Irritant pour la peau.
R20/21	Nocif par inhalation et par contact avec la peau.

Tab. 2.6 Risques des solvants pour la vie humaine

Désignation	Classe cancérigène	Classe mutagène	Toxicité
1.1.1 Trichloroéthane (méthylchloroforme)	-	-	Nocif (Xn), dangereux pour l'environnement (N)
Benzène	1	-	Toxique (T), facilement inflammable (F), explosif
Dichlorométhane	3	-	Nocif (Xn), suspect cancérigène (R40)
Tétrachloroéthylène (Perchloréthylène)	3	-	Nocif (Xn), dangereux pour l'environnement (N), cancérigène (R40)
Toluène	3	-	Nocif, (Xn), facilement inflammable (F)
Trichloréthylène	2 Peut provoquer le cancer	3	Toxique (T), cancérigène (R45)
Xylène	-	-	Nocif (Xn), facilement inflammable (F)

Tab. 2.7 Codes d'identification CAS, EINECS et numéros d'INDEX

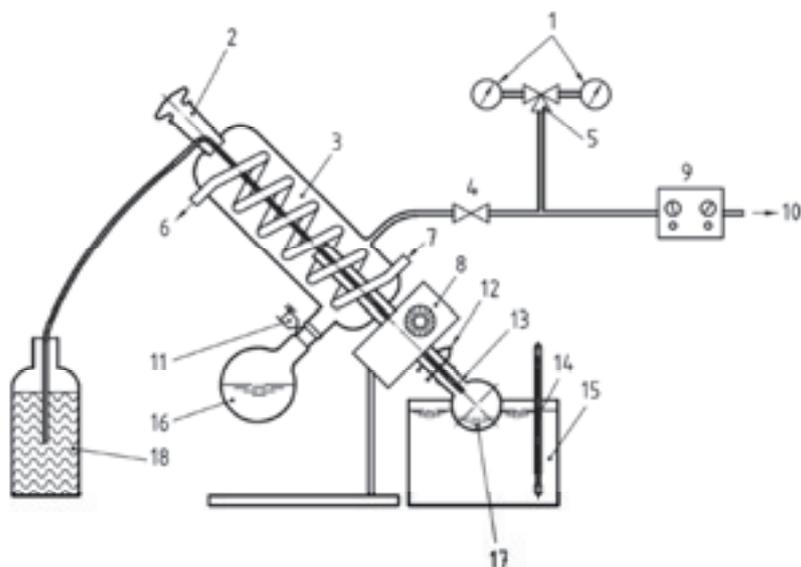
Désignation	Code CAS	Code EINECS	Numéro INDEX
Dichlorométhane (Chlorure de méthylène)	75-09-2	200-839-9	602-004-00-3
Tétrachloréthylène (Perchloréthylène)	127-18-4	204-825-9	602-028-00-4
Toluène	108-88-3	203-625-9	601-021-00-3
Xylène	1330-20-7	215-535-7	601-022-00-9

### Signification des codes:

- code CAS : Ce numéro est attribué à chaque entité chimique par les Chemical Abstracts Services. Ce numéro permet d'identifier, sans ambiguïté et sur le plan international, chaque espèce chimique.
- code EINECS : Ces numéros d'identification se rapportent à la réglementation européenne. EINECS (European inventory of existing commercial chemical substances) est l'inventaire des substances commercialisées entre le 1er janvier 1971 et le 18 septembre 1981. ELINCS (European list of notified chemical substances) regroupe les substances mises sur le marché après le 18 septembre 1981.
- numéro d'Index : Ce numéro permet de retrouver les substances dans la réglementation européenne relative à la classification, l'emballage et l'étiquetage des substances dangereuses.

## 2.3 Appareillage

L'appareillage retenu est celui préconisé par la norme SN 670 403-NA EN 12697-3. Il permet de mettre en température la solution bitume/solvant, d'y appliquer une dépression tout en brassant la solution par rotation du ballon.



### Légende

- |   |                               |    |   |
|---|-------------------------------|----|---|
| 1 | Manomètre                     | 10 | Vers la pompe à vide  |
| 2 | Robinet d'arrêt d'admission   | 11 | Pince à vis   |
| 3 | Réfrigérant                   | 12 | Pince à ressort   |
| 4 | Arrivée d'air auxiliaire      | 13 | Tube d'alimentation (Extrémité à peu près au tiers du ballon) |
| 5 | Robinet de coupage            | 14 | Thermomètre   |
| 6 | Sortie d'eau                  | 15 | Bain d'huile  |
| 7 | Entrée d'eau                  | 16 | Ballon de récupération  |
| 8 | Moteur d'entraînement rotatif | 17 | Ballon évaporateur rotatif                                    |
| 9 | Détendeur                     | 18 | Solution bitumineuse  |

Fig. 2.1 Appareillage de récupération selon SN 670 403-NA EN 12697-3

L'expérience accumulée a montré que dans le cas d'utilisation d'un évaporateur rotatif muni d'une pompe à vide à huile les vapeurs de solvant distillé pouvaient polluer l'huile. Ce phénomène a pour conséquence une diminution des performances de la pompe à vide, jusqu'à ne plus pouvoir atteindre les valeurs de vides exigées lors de la 2ème phase, autant dans le cas de la norme SN (1.9 kPa) que de celui de la norme EN (1.3 kPa). Ce phénomène est très marqué dans le cas d'utilisation de dichlorométhane qui a un point d'ébullition extrêmement bas (40 °C). De manière à protéger l'huile de la pompe à vide, en plus de la circulation d'eau dans le serpentin de refroidissement, permettant la condensation du solvant, il est possible d'utiliser un piège à vapeurs de solvant efficace qui a comme particularité d'abaisser la température des vapeurs de solvant, par circulation dans un bain d'alcool à basse température (environ 0 °C). Les vapeurs résiduelles condensent dans le piège à solvant, l'huile de la pompe est ainsi mieux protégée avec un rendement garanti. Pour les solvants avec un point d'ébullition supérieur à 100°C ce problème est moins important avec l'utilisation d'une pompe à vide moderne. Normalement il suffit de faire fonctionner la pompe en mode "dégazage" durant quelques heures. Un autre point faible concerne le circuit de connexion entre la pompe et l'évaporateur rotatif. Le tuyau en matériau synthétique n'est pas toujours totalement résistant aux solvants. Lentement le tuyau peut devenir poreux avec comme conséquence une perte de vide. Le contrôle du vide, tel qu'il est décrit dans la norme, est très important.



Fig. 2.2 Exemple d'appareillage de récupération du liant

## 2.4 Sélection des méthodes d'essais

La norme EN12697-3:2005 propose les types de solvant utilisables ainsi que les conditions d'essais applicables (voir tableau ci-dessous). De plus elle spécifie que d'autres conditions de distillation peuvent être utilisées, soit pour les solvants listés ou pour d'autres solvants appropriés, si les conditions permettent de retrouver des propriétés du bitume (à l'intérieur des limites d'exactitude de cette méthode d'essai) identiques à celles obtenues avec les solvants dans les conditions listées.

Tab. 2.8 Types de solvant et conditions de distillation selon EN 12697-3

Solvant	Point d'ébullition [°C]	Première phase		Deuxième phase		Température supplémentaire $T_3$ [°C]
		Température $T_1$ [°C]	Pression $P_1$ [kPa]	Température $T_2$ [°C]	Pression $P_2$ [kPa]	
Désignation						
Dichlorométhane	40	45	85	150	1.3	175
1.1.1 Trichloroéthane	74.1	80	30	160	2.0	185
Benzène	80.1	80	30	160	2.0	185
Trichloréthylène	87	90	40	160	2.0	185
Xylène	140	120	30	180	2.0	205
Toluène	110.6	110	40	160	2.0	185
Tétrachloroéthylène	121	110	40	160	2.0	180

Dans le cadre de cette recherche, le LAVOC et l'EMPA ont adapté les procédures permettant de conserver l'application d'uniquement 2 phases avec un temps de distillation de 2ème phase bloqué, sans température supplémentaire T3, ce qui en simplifie la méthodologie.

Les adaptations concernant les 4 solvants sélectionnés sont les suivantes :

- pour le dichlorométhane, les conditions EN de la 1ère phase (45°C / 85kPa) ont été modifiées à 115°C/40kPa. Les conditions EN de la 2ème phase (150°C/1.3kPa) sont maintenues avec un temps de distillation bloqué à 10 min.
- pour le perchloréthylène, les conditions EN de la 1ère phase (110°C/40kPa) ont été modifiées à 145°C/40kPa. Les conditions EN de la 2ème phase (160°C/2.0kPa) sont modifiées à 145°C/2.0kPa avec un temps de distillation de 2ème phase bloqué à 20 min.
- pour le toluène, les conditions EN de la 1ère phase (110°C/40kPa) ont été modifiées à 145°C/40kPa. Les conditions EN de la 2ème phase (145°C/1.9kPa) avec un temps de distillation de 2ème phase bloqué à 20 min.
- pour le xylène, les conditions EN de la 1ère phase (120°C/30kPa) ont été modifiées à 120°C/18kPa. Les conditions EN de la 2ème phase (180°C/2.0kPa) sont maintenues avec un temps de distillation de 2ème phase variable.

Il est important de préciser que la méthode décrite dans la norme SN 670 403a-NA "Liants bitumineux, prescriptions d'essai – Récupération du liant résiduel provenant d'extractions" préconise uniquement l'utilisation du toluène avec des conditions d'essai adaptées dont, l'uniformisation de la température d'essai à 145°C avec une distillation qui se déroule en 2 phases. La première phase permet de réduire la solution à une pression de 40 kPa et la seconde permet d'éliminer totalement le solvant à une pression de 1.9 kPa, durant 20 min ± 30 sec.

En présence de bitumes très visqueux, il peut être nécessaire d'augmenter la température des bitumes récupérés, soit par augmentation de la température du bain d'huile en fin d'essai ou à l'aide d'une étuve tout en appliquant une durée de réchauffage minimale. Le réchauffage au moyen d'un bec bunsen est proscrit ([22] Norme SN 670403a-NA, , 2008). La procédure de réchauffage a été appliquée après la 2ème phase, elle est adaptée aux bitumes durs <50 10-1 mm. La température du bain d'huile est augmentée à 175°C durant 20 min (y.c. 10 min de chauffage du bain d'huile), à pression ambiante. La viscosité est abaissée et permet une ré-homogénéisation satisfaisante ainsi qu'une préparation correcte des échantillons.

L'essai se déroule donc dans un cadre très stricte, ce qui mène à d'excellents résultats de répétabilité et de reproductibilité. La norme EN12697-3:2005 propose des conditions plus ouvertes que la norme SN 670 403a-NA, ce qui peut mener à des valeurs de répétabilité et de reproductibilité plus élevées.

*Tab. 2.9 Types de solvant, conditions de distillation selon EN 12697-3 et conditions retenues dans la recherche 2000/434*

Solvants Méthodes	1ère phase			2 <sup>ème</sup> phase		Phase supplémentaire	
	Point d'ébullition [°C]	Température Pression [°C] / [kPa]	Temps [min]	Température Pression [°C] / [kPa]	Temps [min]	Température Pression [°C] / [kPa]	Temps [min]
Dichlorométhane EN	40	45 / 85	variable	150 / 1.3	variable	175 / 1.3	10
Dichlorométhane EN adaptée	40	115 / 40	variable	150 / 1.3	10 ± 0.5	-	-
Perchloréthylène EN	121	110 / 40	variable	160 / 2.0	variable	180 / 2.0	10
Perchloréthylène EN adaptée	121	145 / 40	variable	145 / 2.0	20 ± 0.5	-	-
Toluène EN	110.6	110 / 40	variable	160 / 2.0	variable	185 / 2.0	10
Toluène SN/EN adaptée	110.6	145 / 40	variable	145 / 1.9	20 ± 0.5	-	-
Xylène EN	140	120 / 30	variable	180 / 2.0	variable	205 / 2.0	10
Xylène EN adaptée	140	120 / 18	variable	180 / 2.0	variable	-	-

## 3 Plan d'expérimentation

Les travaux de la recherche ont été répartis en quatre phases :

Phase 1 : Préparation. Harmonisation des méthodes de récupération avec un modèle simplifié, appliqué sur le liant mis en solution. Sélection des essais et caractérisation des liants de base

Phase 2 : Caractérisation des liants récupérés et comparaisons avec les liants de base

Phase 3 : Récupération des liants de l'enrobé

Phase 4 : Expérimentations supplémentaires

### 3.1 Phase 1 – Préparation, harmonisation des méthodes de récupération. Identification des liants de base

#### 3.1.1 Préparation et harmonisation des méthodes de récupération

Les fournisseurs ont transmis une quantité d'environ 100 kg pour chacun des types de bitume sélectionnés. Les échantillons ont été réchauffés selon les conditions préconisées par le fabricant, puis homogénéisées mécaniquement, conditionnés en échantillons de 0.25 l, 1 l, 2.5 l puis répartis entre les deux laboratoires de recherches.

Une attention particulière a été appliquée au temps nécessaire à la restructuration du bitume lors de la phase de refroidissement. Le temps de repos après récupération et avant essai est au minimum de 360 minutes et au maximum de 17 heures. Le liant récupéré le matin sera testé l'après-midi et celui récupéré l'après-midi sera testé le lendemain matin. Cette procédure a été développée dans le cadre du mandat de recherche sur la récupération des liants purs ([1] Pittet M, Angst Ch., 2002) et a permis d'obtenir d'excellents résultats de répétabilité et de reproductibilité.

Les différentes phases de conditionnement, mise en solution, récupération et analyse du liant récupéré, dans le cas d'utilisation du toluène et du dichlorométhane, sont présentées ci-après. Dans le cas du perchloréthylène et xylène, les températures et durées sont adaptées selon figure 3.1.

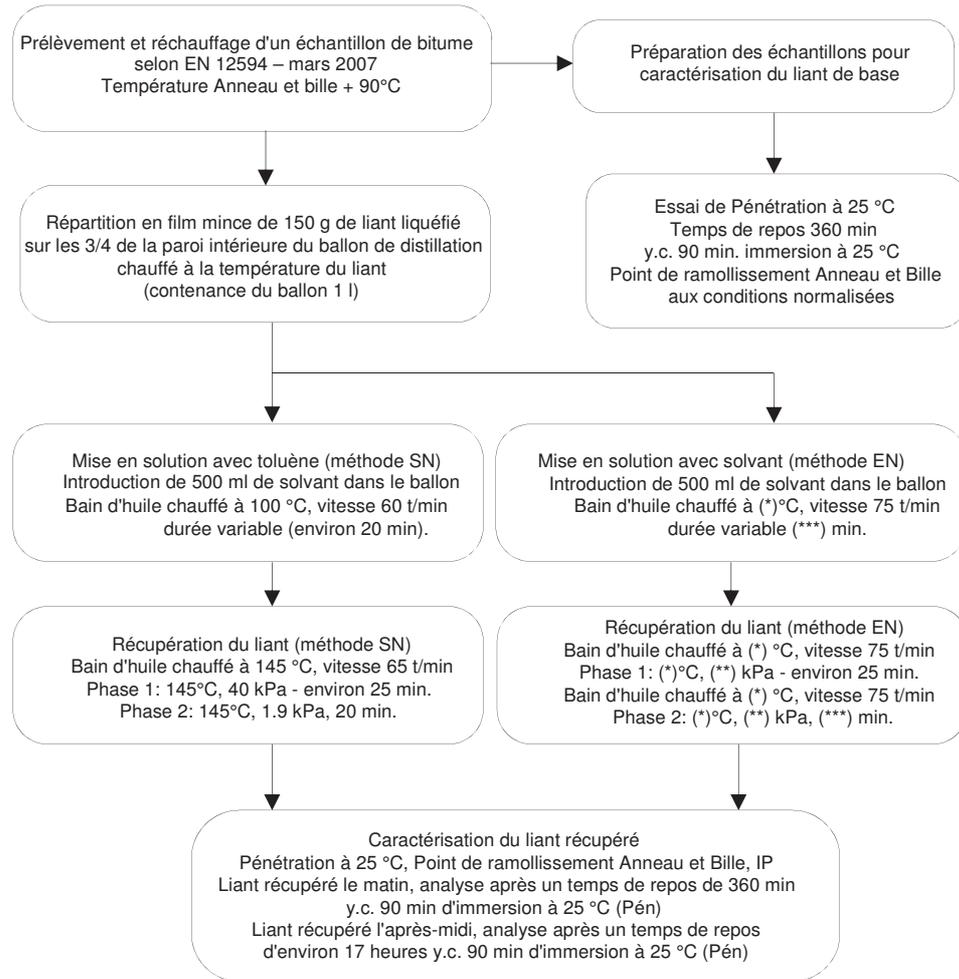


Fig. 3.1 Procédures appliquées selon SN et EN

(\*) température, (\*\*) pression, (\*\*\*) durée, pour conditions d'essai adaptées aux solvants: dichlorométhane, perchloréthylène, xylène (voir fig. 2.8)

### 3.1.2 Sélection des essais et caractérisation des liants de base

Plusieurs essais ont été sélectionnés pour l'identification des liants de base :

- pénétration à 25°C selon EN 1426
- point de ramollissement anneau et bille selon EN 1427
- viscosité dynamique à 60, 90, 110, 135, 150 et 170°C
- retour élastique selon EN 13398
- stabilité au stockage selon EN 13202
- module de rigidité en flexion au BBR selon EN 14771
- module complexe au DSR selon EN 14770

Les caractéristiques mesurées des liants de base sont indiquées dans la figure 3.2

*Tab. 3.1 Caractéristiques mesurées des liants de base, pénétration, A&B, Fraass*

Type de liant	Pénétration à 25°C		Ramollissement A&B		Fraass		Stabilité au stockage	
	spécifié [10 <sup>-1</sup> mm]	mesuré	spécifié [°C]	mesuré	spécifié [°C]	mesuré	spécifié [°C]	mesuré
A	70-100	74	>48	54.1	≤ -18	-22	<5	0.4
B	50-70	60	>65	70.5	≤ -15	-23	<5	1.3
C	70-10	78	min 60	81	≤ -18	-17	≤5	0.5
D	50-70	72	min 53	56.0	≤ -15	-17	≤5	2.7
E	40-80	43	min 85	106.8	≤ -15	-26	max 2	0.6
F	>10	33	min 75	81.4	≤ -5	-12	<2	0.7
G	75	84	70	61.8	np	-	np	0.6
H	35	46	72	96	np	-	np	0.2
I	45-80	62	min 65	74.2	≤ -15	-	np	0.7
J	78	63	75	67.2	np	-	np	14.2
K	20-60	46	55-63	58.6	np	-	<2	0.1

(np : non spécifié)

*Tab. 3.2 Caractéristiques mesurées des liants de base, viscosité dynamique, retour élastique*

Type de liant	Viscosité dynamique mesurée								Retour élastique	
	60°C	90°C	110°C	130°C	135°C	150°C	170°C	190°C	spécifié	mesuré
	[10 <sup>-1</sup> Pa·s]								[%]	
A	5079	188	40.6	-	10.4	5.7	2.9	-	> 70	78
B	-	1166	120	-	27.9	14.6	7.5	3.6	> 80	90
C	2576	128	33.3	-	11.4	7.3	3.6	-	≥ 50	94
D	2357	103	25.3	-	7.3	4.6	2.9	-	≥ 50	86
E	-	3888	-	97.2	-	30.1	14.1	8.5	> 75	86
F	-	243	53.5	13.4	-	5.3	2.7	1.5	> 50	64
G	pd	pd	pd	pd	pd	pd	pd	pd	>80	pd
H	pd	pd	pd	pd	pd	pd	pd	pd	>80	84
I	pd	pd	pd	pd	pd	pd	pd	pd	≥ 80	93
J	pd	pd	pd	pd	pd	pd	pd	pd	>80	98
K	pd	pd	pd	pd	pd	pd	pd	pd	> 50	76

(pd : pas déterminé)

Tab. 3.3 Caractéristiques mesurées des liants de base, flexion BBR à -16°C, module de rigidité et pente

Type de liant	BBR - Module de rigidité à -16°C		BBR - Pente-m à -16°C	
	spécifié [MPa]	mesuré [MPa]	spécifié [-]	mesuré [-]
A	nd	61.5	nd	0.464
B	nd	123	nd	0.410
C	nd	142	nd	0.366
D	nd	177	nd	0.348
E	nd	154	nd	0.312
F	nd	241	nd	0.300
G	nd	145	nd	0.404
H	nd	146	nd	0.333
I	nd	98.5	nd	0.407
J	nd	113	nd	0.402
K	nd	251	nd	0.356

(nd : non disponible)

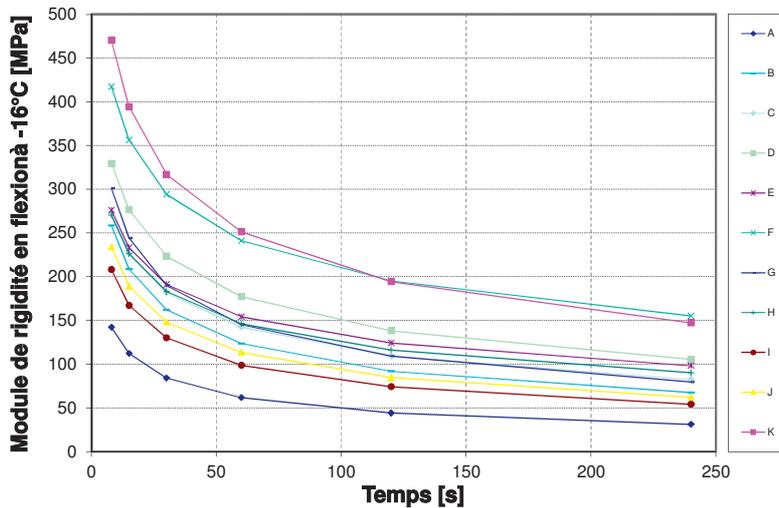


Fig. 3.2 Caractéristiques mesurées des liants de base, flexion BBR à -16°C, module de rigidité

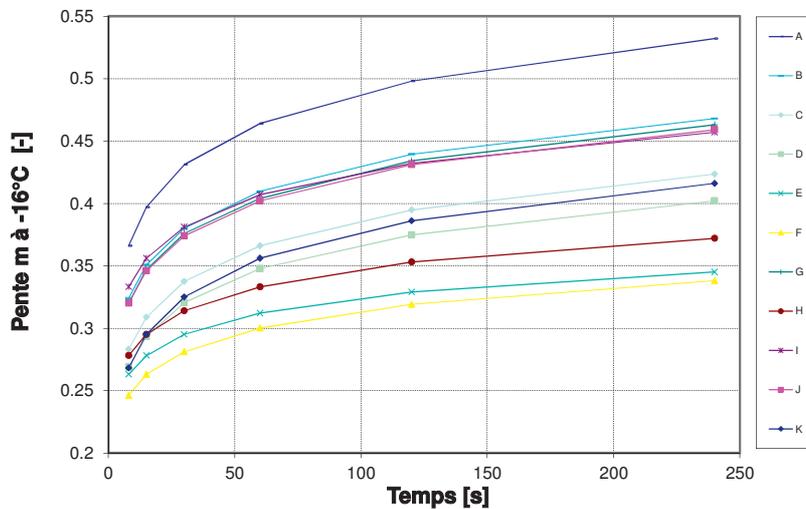


Fig. 3.3 Caractéristiques mesurées des liants de base, flexion BBR à -16°C, pente m

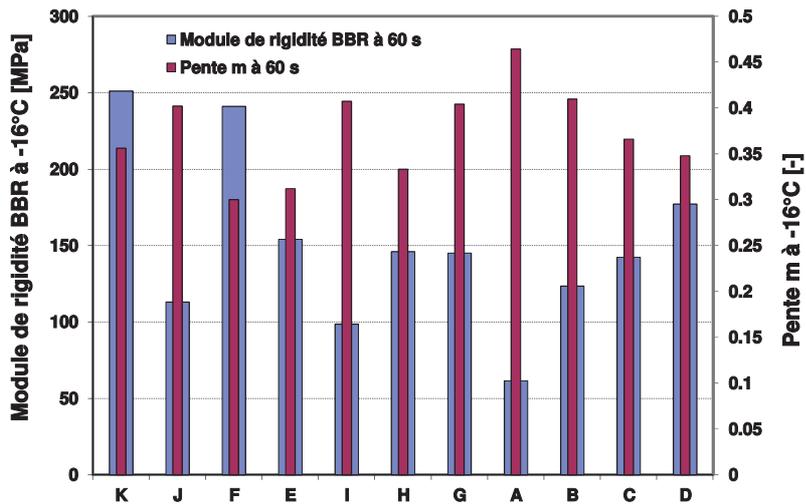


Fig. 3.4 Flexion BBR à -16°C, module de rigidité et pente m à 60 s

Tab. 3.4 Caractéristiques mesurées des liants de base, module complexe en cisaillement  $G^*$  à 1.25 Hz

Température [°C]	Module complexe en cisaillement $G^*$ à 1.25 Hz									
	0	10	20	30	40*	40**	50	60	70	80
Type de liant	[Pa]									
A	38841500	8397950	1353250	207905	40833	31151	9075	2961	1097	430
B	43245000	9665550	1620300	266715	58487	44391	14534	5529	2392	1121
C	36655500	8611650	1483650	233195	45345	34285	10386	3236	1234	611
D	46816500	10721500	1703550	233560	40641	37311	10398	2898	932	365
E	47143000	15114000	4191550	1119100	339880	89945	31805	12046	5312	2598
F	75979000	24506500	6563500	1511200	356510	152605	39217	10754	3337	1196
G	18054500	3757400	690570	133775	31825	25227	8730	3231	1389	680
H	44042000	13253500	3451300	823345	216630	114245	42136	17249	8510	4578
I	29302500	6932500	1382500	269840	63188	53340	17591	6663	2834	1326
J	24821000	5855767	1247600	274013	68883	59079	18767	6967	2598	964
K	66002500	15264000	2857400	509535	103490	107650	32803	12171	5232	2444

\* mesuré à 40°C avec géométrie de mesure pour domaine de températures moyennes

\*\* mesuré à 40°C avec géométrie de mesure pour domaine de températures élevées

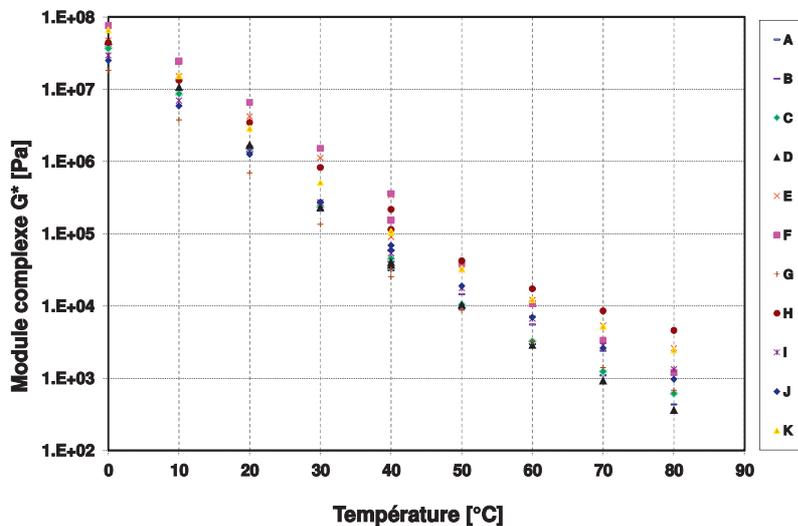


Fig. 3.5 Caractéristiques mesurées des liants de base, module complexe en cisaillement  $G^*$  DSR

### 3.2 Phase 2 - Caractérisation des liants mis en solution et récupérés, comparés avec les liants de base

L'étude sur les liants de base mis en solution et récupérés comprend les essais suivants :

- pénétration à 25°C selon EN 1426
- point de ramollissement anneau et bille selon EN 1427
- module complexe au Dynamic Shear Rheometer (DSR) selon EN 14770

La fidélité des méthodes d'essais de pénétration et de point de ramollissement anneau et bille appliquée au bitume récupéré est définie dans la norme EN 12697-3 (voir fig. 3.10). Ces valeurs de fidélité ont été établies sur la base de tests de bitumes purs, ces valeurs sont donc indicatives. Le cas de répétabilité est défini par la différence entre deux résultats successifs obtenus par le même opérateur, avec le même appareillage, dans des conditions opératoires identiques et sur un même produit. Le cas de reproductibilité est défini par la différence entre deux résultats d'essai uniques et indépendants, obtenus par des opérateurs différents travaillant dans des laboratoires différents sur des produits identiques.

Tab. 3.5 Valeurs de fidélité selon EN 12697-3, considérées pour les liants purs

Tableau 2 — Valeurs de fidélité			
Méthode		Répétabilité	Reproductibilité
Pénétration	0,1 mm	0,10 $\chi$	0,27 $\chi$
Point de ramollissement	°C	1,9	3,4

NOTE:  $\chi$  est la moyenne des résultats comparés.

Les prescriptions de fidélité selon la norme EN 12697-3, établies pour des liants traditionnelles, ne sont pas en accord avec les valeurs correspondantes des normes d'essais. Il n'est pas possible, que les exigences de fidélité soient inférieures dans le cas de la récupération (pénétration pour des bitumes durs) ou presque identiques (cas de reproductibilité du point de ramollissement).

Les prescriptions de fidélité ne sont donc pas directement applicables dans le cas de ce travail de recherche. Autant dans le cas de la répétabilité, par la mise en solution de bitume dans des solvants différents que dans le cas de la reproductibilité, essais réalisés dans le même laboratoire par le même opérateur, les conditions ne sont pas exactement satisfaites. Il est probable que les exigences de fidélité se situent dans l'intervalle des 2 exigences de répétabilité et de reproductibilité.

Pour la détermination du module de cisaillement et de l'angle de phase au rhéomètre au DSR, les valeurs de fidélité n'ont pas encore été établies. Néanmoins des résultats obtenus à partir d'un exercice RILEM, portant sur la détermination du module complexe, ont mis en évidence l'obtention d'une reproductibilité sur  $G^*$  inférieure à 10%, quel que soit le type de liant, pur ou modifié et l'état du liant, neuf aussi bien que vieilli artificiellement par la méthode RTFOT ou PAV. Le cas de liants mis en solution ne figure pas dans l'étude RILEM. L'avis d'identification à une non satisfaction à la reproductibilité est donc indicative pour cet essai.

Dans un essai croisés interlaboratoires réalisé entre l'Allemagne, l'Autriche et la Suisse avec 10 laboratoires participants, des résultats moins satisfaisants ont été obtenus avec une reproductibilité pour le module complexe d'environ 30%. Mais les valeurs de la répétabilité, situées entre 2 et 10%, étaient suffisantes. On peut supposer, que la méthode pour la fabrication des éprouvettes n'était pas la même, car elle n'est pas décrite en détails dans la norme EN 14770 [E70].

L'ensemble des résultats obtenus après mise en solution et récupération des 11 liants sélectionnés avec les 4 solvants choisis, figurent dans les tableaux suivants. Les valeurs de répétabilité et de reproductibilité identifiées hors exigences de fidélité sont mises en évidence selon les légendes suivantes :

Ne satisfait pas à la fidélité de la répétabilité selon EN 12697-3

Ne satisfait pas à la fidélité de la répétabilité et de la reproductibilité selon EN 12697-3

Une étude complémentaire sur la fidélité de la pénétration à 25°C et du point de ramollissement anneau et bille a été effectuée sur une sélection de liants (voir § 3.3.5).

### 3.2.1 Essai de pénétration à 25°C selon EN 1426

L'influence sur les résultats de pénétration, de la mise en solution puis récupération des 11 liants de base dans les 4 solvants sélectionnés est présentée dans les graphiques et tableaux suivants :

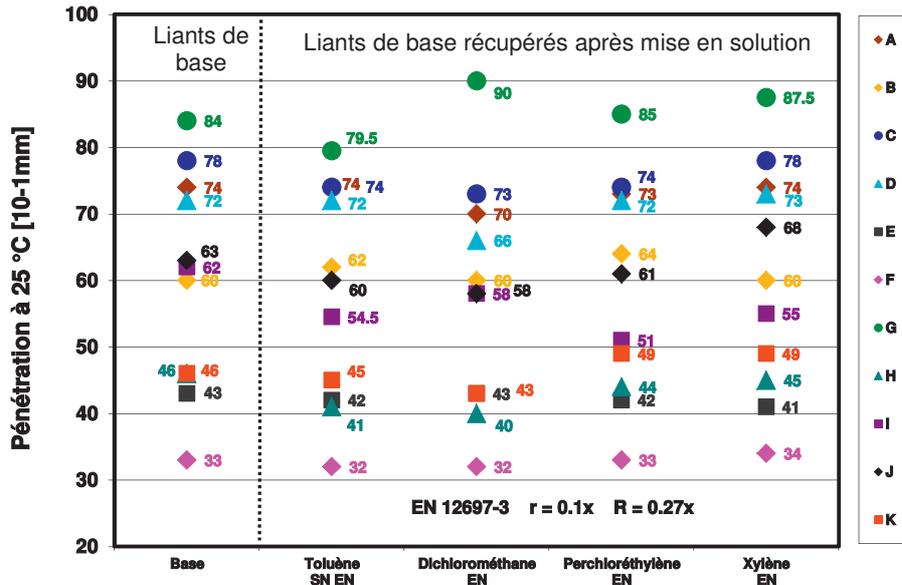


Fig. 3.6 Influence sur la pénétration à 25°C après mise en solution du liant et récupération de 11 liants

Tab. 3.6 Influence sur la pénétration à 25°C après mise en solution du liant et récupération au toluène

Pénétration à 25°C	Liant mis en solution dans toluène et récupéré selon méthode SN EN			
	Base			
Type de liant	[10 <sup>-1</sup> mm]	[10 <sup>-1</sup> mm]	diff [10 <sup>-1</sup> mm]	diff [%]
A	74	74	0	0.0
B	60	62	2	3.3
C	78	74	-4	-5.1
D	72	72	0	0.0
E	43	42	-1	-2.3
F	33	32	-1	-3.0
G	84	79.5	-4.5	-5.4
H	46	41	-5	-10.9
I	62	54.5	-7.5	-12.1
J	63	60	-3	-4.8
K	46	45	-1	-2.2
Moyenne			-2.3	-3.9
Minimum			-7.5	-12.1
Maximum			2.0	3.3
Ecart-type			2.6	-

Tab. 3.7 Influence sur la pénétration à 25°C après mise en solution du liant et récupération au dichlorométhane

Pénétration à 25°C	Base	Liant mis en solution dans dichlorométhane et récupéré selon méthode EN		
		Type de liant	[10 <sup>-1</sup> mm]	[10 <sup>-1</sup> mm]
A	74	70	-4	-5.4
B	60	60	0	0.0
C	78	73	-5	-6.4
D	72	66	-6	-8.3
E	43	43	0	0.0
F	33	32	-1	-3.0
G	84	90	6	7.1
H	46	40	-6	-13.0
I	62	58	-4	-6.5
J	63	58	-5	-7.9
K	46	43	-3	-6.5
		Moyenne	-2.5	-4.5
		Minimum	-6.0	-13.0
		Maximum	6.0	7.1
		Ecart-type	3.4	-

Tab. 3.8 Influence sur la pénétration à 25°C après mise en solution Du liant et récupération au perchloréthylène

Pénétration à 25°C	Base	Liant mis en solution dans perchloréthylène et récupéré selon méthode EN		
		Type de liant	[10 <sup>-1</sup> mm]	[10 <sup>-1</sup> mm]
A	74	73	-1	-1.4
B	60	64	4	6.7
C	78	74	-4	-5.1
D	72	72	0	0.0
E	43	42	-1	-2.3
F	33	33	0	0.0
G	84	85	1	1.2
H	46	44	-2	-4.3
I	62	51	-11	-17.7
J	63	61	-2	-3.2
K	46	49	3	6.5
		Moyenne	-1.2	-1.8
		Minimum	-11.0	-17.7
		Maximum	4.0	6.7
		Ecart-type	3.8	-

Tab. 3.9 Influence sur la pénétration à 25°C après mise en solution du liant et récupération au xylène

Pénétration à 25°C	Base	Liant mis en solution dans Xylène et récupéré selon méthode EN		
		[10 <sup>-1</sup> mm]	diff [10 <sup>-1</sup> mm]	diff [%]
A	74	74	0	0.0
B	60	60	0	0.0
C	78	78	0	0.0
D	72	73	1	1.4
E	43	41	-2	-4.7
F	33	34	1	3.0
G	84	87.5	3.5	4.2
H	46	45	-1	-2.2
I	62	55	-7	-11.3
J	63	68	5	7.9
K	46	49	3	6.5
		Moyenne	0.3	0.4
		Minimum	-7.0	-11.3
		Maximum	5.0	7.9
		Ecart-type	3.0	-

Les résultats obtenus dans le cas de l'essai de pénétration à 25°C font l'objet des remarques suivantes :

Les 11 produits testés satisfont aux exigences de reproductibilité et dans le cas de la répétabilité, 1 seul produit, le liant G, ne satisfait pas aux exigences dans le cas de 3 solvants, toluène, perchloréthylène et xylène.

Pour la solution de toluène, la différence moyenne pour les 11 produits est de -2.3 10<sup>-1</sup> mm représentant une différence relative de -3.9% avec une valeur minimum de -7.5 et maximum de 2.0 10<sup>-1</sup> mm.

Pour la solution dichlorométhane, la différence moyenne pour les 11 produits est de -2.5 10<sup>-1</sup> mm représentant une différence relative de -4.5% avec une valeur minimum de -6.0 et maximum de 6.0 10<sup>-1</sup> mm.

Pour la solution de perchloréthylène, la différence moyenne pour les 11 produits est de -1.2 10<sup>-1</sup> mm représentant une différence relative de -1.8% avec une valeur minimum de -11.0 et maximum de 4.0 10<sup>-1</sup> mm.

Pour la solution de xylène, la différence moyenne pour les 11 produits est de 0.3 10<sup>-1</sup> mm représentant une différence relative de 0.4% avec une valeur minimum de -7.0 et maximum de 5.0 10<sup>-1</sup> mm.

Globalement il est donc constaté que pour la pénétration, les conditions appliquées satisfont aux exigences de la EN 12697-3 autant pour la valeur de reproductibilité que de répétabilité.

### 3.2.2 Essai de ramollissement A&B selon EN 1427

L'influence sur les résultats de point de ramollissement anneau et bille, de la mise en solution puis récupération des 11 liants de base dans les 4 solvants sélectionnés est présentée dans les graphiques et tableaux suivants :

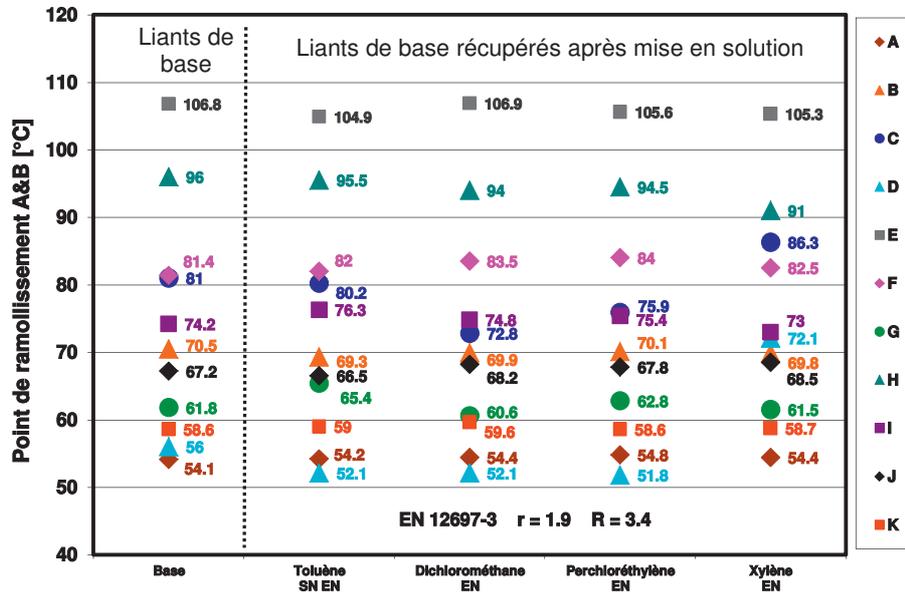


Fig. 3.7 Influence sur température A&B après mise en solution du liant et récupération de 11 liants

Tab. 3.10 Influence sur température A&B après mise en solution du liant et récupération au toluène

Ramollissement A&B	Base	Liant mis en solution dans toluène et récupéré selon méthode SN EN			
		Base	Liants	diff [°C]	diff [%]
Type de liant	[°C]	[°C]	[°C]	[%]	
A	54.1	54.2	0.1	0.2	
B	70.5	69.3	-1.2	-1.7	
C	81	80.2	-0.8	-1.0	
D	56	52	-4	-7.1	
E	106.8	104.9	-1.9	-1.8	
F	81.4	82	0.6	0.7	
G	61.8	65.4	3.6	5.8	
H	96	95.5	-0.5	-0.5	
I	74.2	76.3	2.1	2.8	
J	67.2	66.5	-0.7	-1.0	
K	58.6	59	0.4	0.7	
Moyenne			-0.2	-0.3	
Minimum			-4.0	-7.1	
Maximum			3.6	5.8	
Ecart-type			1.9	-	

Tab. 3.11 Influence sur température A&B après mise en solution du liant et récupération au dichlorométhane

Ramollissement A&B	Base	Liant mis en solution dans dichlorométhane et récupéré selon méthode EN		
		Type de liant	°C	diff [°C]
A	54.1	54.4	0.3	0.6
B	70.5	69.9	-0.6	-0.9
C	81	72.8	-8.2	-10.1
D	56	52.2	-3.8	-6.8
E	106.8	106.9	0.1	0.1
F	81.4	83.5	2.1	2.6
G	61.8	60.6	-1.2	-1.9
H	96	94	-2	-2.1
I	74.2	74.8	0.6	0.8
J	67.2	68.2	1	1.5
K	58.6	59.6	1	1.7
		Moyenne	-1.0	-1.3
		Minimum	-8.2	-10.1
		Maximum	2.1	2.6
		Ecart-type	2.8	-

Tab. 3.12 Influence sur température A&B après mise en solution du liant et récupération au perchloréthylène

Ramollissement A&B	Base	Liant mis en solution dans perchloréthylène et récupéré selon méthode EN		
		Type de liant	°C	diff [°C]
A	54.1	54.8	0.7	1.3
B	70.5	70.1	-0.4	-0.6
C	81	75.9	-5.1	-6.3
D	56	51.8	-4.2	-7.5
E	106.8	105.6	-1.2	-1.1
F	81.4	84	2.6	3.2
G	61.8	62.8	1.0	1.6
H	96	94.5	-1.5	-1.6
I	74.2	75.4	1.2	1.6
J	67.2	67.8	0.6	0.9
K	58.6	58.6	0.0	0.0
		Moyenne	-0.6	-0.8
		Minimum	-5.1	-7.5
		Maximum	2.6	3.2
		Ecart-type	2.2	-

Tab. 3.13 Influence sur température A&B après mise en solution du liant et récupération au xylène

Ramollissement A&B	Base	Liant mis en solution dans xylène et récupéré selon méthode EN		
		Type de liant	Base	diff [°C]
A	54.1	54.4	0.3	0.6
B	70.5	69.8	-0.7	-1.0
C	81	86.3	5.3	6.5
D	56	72.1	16.1	28.8
E	106.8	105.3	-1.5	-1.4
F	81.4	82.5	1.1	1.4
G	61.8	61.5	-0.3	-0.5
H	96	91	-5.0	-5.2
I	74.2	73	-1.2	-1.6
J	67.2	68.5	1.3	1.9
K	58.6	58.7	0.1	0.2
		Moyenne	1.4	2.7
		Minimum	-5.0	-5.2
		Maximum	16.1	28.8
		Ecart-type	5.2	-

Les résultats obtenus dans le cas de détermination du point de ramollissement anneau et bille font l'objet des remarques suivantes :

7 produits testés sur 11 satisfont aux exigences de reproductibilité et dans le cas de la répétabilité, pour l'ensemble des solvants testés, 5 produits satisfont aux exigences.

Dans le cas de la solution de toluène, la différence moyenne pour les 11 produits est de -0.2 [°C] représentant une différence relative de -0.3% avec une valeur minimum de -4.0°C et maximum de 3.6°C.

Pour la solution dichlorométhane, la différence moyenne pour les 11 produits est de -1.0 [°C] représentant une différence relative de -1.3% avec une valeur minimum de -8.2°C et maximum de 2.1°C.

Pour la solution de perchloréthylène, la différence moyenne pour les 11 produits est de -0.6 [°C] représentant une différence relative de -0.8% avec une valeur minimum de -5.1°C et maximum de 2.6°C.

Pour la solution de xylène, la différence moyenne pour les 11 produits est de 1.4 [°C] représentant une différence relative de 2.7% avec une valeur minimum de -5.0°C et maximum de 16.1°C.

Sur 44 essais réalisés on constate que 13 essais ne satisfont pas aux seuils de répétabilité et 9 essais ne satisfont pas aux exigences de reproductibilité.

### 3.2.3 Essai de cisaillement en flexion, module $G^*$ au DSR à 1.25 Hz

L'influence sur les résultats de cisaillement en flexion, de la mise en solution puis récupération des 5 liants de base (G, H, I, J, K) dans les 4 solvants sélectionnés est présentée dans les graphiques et tableaux suivants. En l'absence de valeurs de fidélité, l'avis de non-conformité pour la reproductibilité est indicatif pour cet essai.

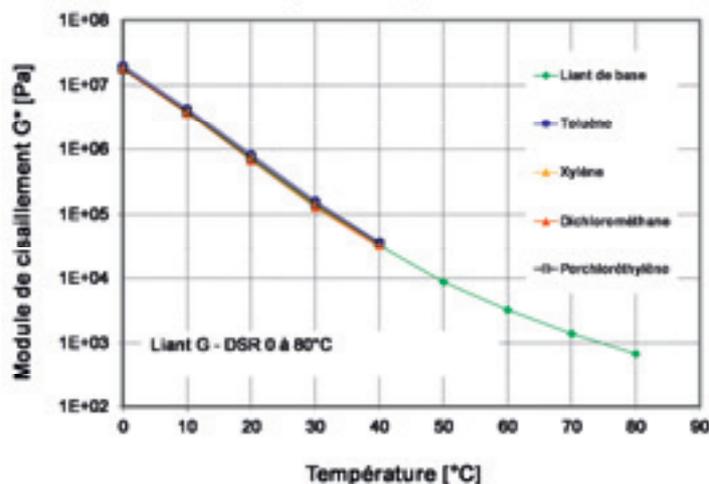


Fig. 3.8 Module  $G^*$  au DSR à 1.25Hz après mise en solution du liant et récupération – G

Tab. 3.14 Module  $G^*$  au DSR à 1.25Hz – Récupération du liant G mis en solution dans toluène

Module $G^*$ à 1.25 Hz*	Température	Base	Liant mis en solution dans toluène et récupéré selon méthode SN EN		
			Type de liant	[Pa]	diff [Pa]
G	0	18054500	19915000	1860500	10.3
	10	3757400	4264600	507200	13.5
	20	690570	818730	128160	18.6
	30	133775	160390	26615	19.9
	40	31825	37471	5646	17.7
			Moyenne	505624.2	16.0
			Minimum	5646	10.3
			Maximum	1860500	19.9
			Ecart-type	701085	-

Tab. 3.15 Module  $G^*$  au DSR à 1.25Hz – Récupération du liant G mis en solution dans dichlorométhane

Module $G^*$ à 1.25 Hz	Température	Base	Liant mis en solution dans dichlorométhane et récupéré selon méthode EN		
			Type de liant	[Pa]	diff [Pa]
G	0	18054500	17449000	-605500	-3.4
	10	3757400	3623300	-134100	-3.6
	20	690570	667800	-22770	-3.3
	30	133775	128300	-5475	-4.1
	40	31825	32030	205	0.6
			Moyenne	-153528	-2.7
			Minimum	-605500	-4.1
			Maximum	205	0.6
			Ecart-type	231217	-

Tab. 3.16 Module  $G^*$  au DSR à 1.25Hz – Récupération du liant  $G$  mis en solution dans perchloréthylène

Module $G^*$ à 1.25 Hz	Température	Base	Liant mis en solution dans perchloréthylène et récupéré selon méthode EN		
			[Pa]	diff [Pa]	diff [%]
G	0	18054500	18022000	-32500	-0.2
	10	3757400	3878000	120600	3.2
	20	690570	734260	43690	6.3
	30	133775	145400	11625	8.7
	40	31825	35036	3211	10.1
			Moyenne	29325.2	5.6
			Minimum	-32500	-0.2
			Maximum	120600	10.1
			Ecart-type	51682	-

Tab. 3.17 Module  $G^*$  au DSR à 1.25Hz – Récupération du liant  $G$  mis en solution dans xylène

Module $G^*$ à 1.25 Hz	Température	Base	Liant mis en solution dans xylène et récupéré selon méthode EN		
			[Pa]	diff [Pa]	diff [%]
G	0	18054500	17780000	-274500	-1.5
	10	3757400	3886500	129100	3.4
	20	690570	739260	48690	7.1
	30	133775	140090	6315	4.7
	40	31825	32721	896	2.8
			Moyenne	-17899.8	3.3
			Minimum	-274500	-1.5
			Maximum	129100	7.1
			Ecart-type	136255	-

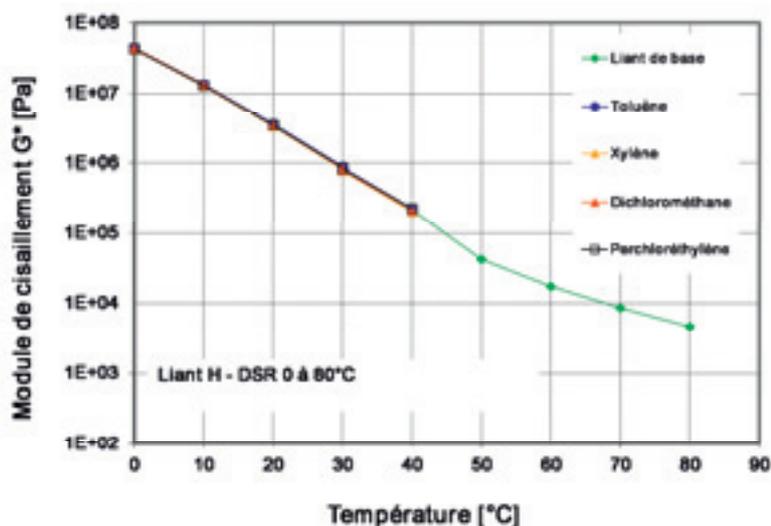


Fig. 3.9 Module  $G^*$  au DSR à 1.25Hz après mise en solution du liant et récupération – H

Tab. 3.18 Module  $G^*$  au DSR à 1.25Hz – Récupération du liant H mis en solution dans toluène

Module $G^*$ à 1.25 Hz	Température	Base	Liant mis en solution dans toluène et récupéré selon méthode SN EN			
			Type de liant	[°C]	[Pa]	[Pa]
H		44042000		43825000	-217000	-0.5
		13253500		13441000	187500	1.4
		3451300		3589700	138400	4.0
		823345		871180	47835	5.8
		216630		225440	8810	4.1
				Moyenne	33109	3.0
			Minimum	-217000	-0.5	
			Maximum	187500	5.8	
			Ecart-type	140203	-	

Tab. 3.19 Module  $G^*$  au DSR à 1.25Hz – Récupération du liant H mis en solution dans dichlorométhane

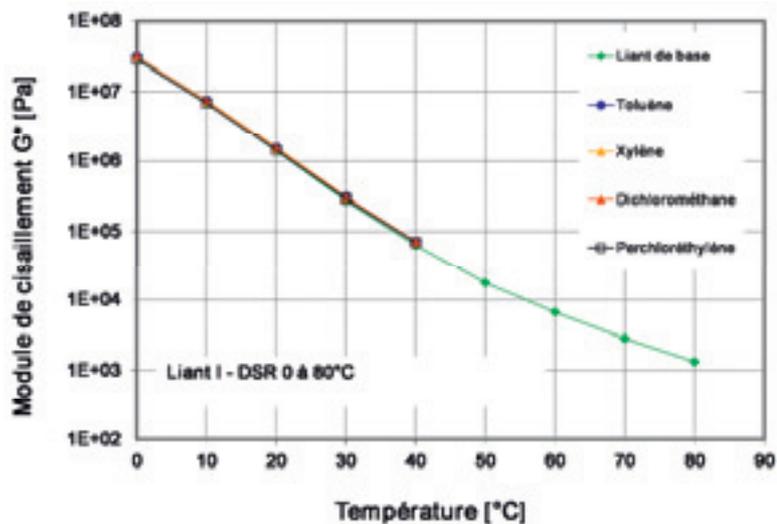
Module $G^*$ à 1.25 Hz	Température	Base	Liant mis en solution dans dichlorométhane et récupéré selon méthode EN			
			Type de liant	[°C]	[Pa]	[Pa]
H		44042000		43654000	-388000	-0.9
		13253500		13259000	5500	0.0
		3451300		3449800	-1500	0.0
		823345		819240	-4105	-0.5
		216630		211500	-5130	-2.4
				Moyenne	-78647	-0.7
			Minimum	-388000	-2.4	
			Maximum	5500	0.0	
			Ecart-type	154721	-	

Tab. 3.20 Module  $G^*$  au DSR à 1.25Hz – Récupération du liant H mis en solution dans perchloréthylène

Module $G^*$ à 1.25 Hz	Température	Base	Liant mis en solution dans perchloréthylène et récupéré selon méthode EN			
			Type de liant	[°C]	[Pa]	[Pa]
H		44042000		42503000	-1539000	-3.5
		13253500		12982000	-271500	-2.0
		3451300		3465200	13900	0.4
		823345		846440	23095	2.8
		216630		225960	9330	4.3
				Moyenne	-352835	0.4
			Minimum	-1539000	-3.5	
			Maximum	23095	4.3	
			Ecart-type	603421	-	

Tab. 3.21 Module  $G^*$  au DSR à 1.25Hz – Récupération du liant H mis en solution dans xylène

Module $G^*$ à 1.25 Hz	Température	Base	Liant mis en solution dans xylène et récupéré selon méthode EN		
			[Pa]	diff [Pa]	diff [%]
Type de liant	[°C]	[Pa]	[Pa]	diff [Pa]	diff [%]
H	0	44042000	42092000	-1950000	-4.4
	10	13253500	12790000	-463500	-3.5
	20	3451300	3349000	-102300	-3.0
	30	823345	795320	-28025	-3.4
	40	216630	206320	-10310	-4.8
	Moyenne			-510827	-3.8
Minimum			-1950000	-4.8	
Maximum			-10310	-3.0	
Ecart-type			738101	-	

Fig. 3.10 Module  $G^*$  au DSR à 1.25Hz après mise en solution du liant et récupération – ITab. 3.22 Module  $G^*$  au DSR à 1.25Hz – Récupération du liant I mis en solution dans toluène

Module $G^*$ à 1.25 Hz	Température	Base	Liant mis en solution dans toluène et récupéré selon méthode SN EN		
			[Pa]	diff [Pa]	diff [%]
Type de liant	[°C]	[Pa]	[Pa]	diff [Pa]	diff [%]
I	0	29302500	30960000	1657500	5.7
	10	6932500	7525100	592600	8.5
	20	1382500	1534600	152100	11.0
	30	269840	306500	36660	13.6
	40	63188	71270	8082	12.8
	Moyenne			489388.4	10.3
Minimum			8082	5.7	
Maximum			1657500	13.6	
Ecart-type			620567	-	

Tab. 3.23 Module  $G^*$  au DSR à 1.25Hz – Récupération du liant I mis en solution dans dichlorométhane

Module $G^*$ à 1.25 Hz	Température	Base	Liant mis en solution dans dichlorométhane et récupéré selon méthode EN		
			Type de liant	[°C]	[Pa]
I	0	29302500	31231000	1928500	6.6
	10	6932500	7423000	490500	7.1
	20	1382500	1513500	131000	9.5
	30	269840	301850	32010	11.9
	40	63188	70949	7761	12.3
	Moyenne			517954.2	9.5
			Minimum	7761	6.6
			Maximum	1928500	12.3
			Ecart-type	726163	-

Tab. 3.24 Module  $G^*$  au DSR à 1.25Hz – Récupération du liant I mis en solution dans perchloréthylène

Module $G^*$ à 1.25 Hz	Température	Base	Liant mis en solution dans perchloréthylène et récupéré selon méthode EN		
			Type de liant	[°C]	[Pa]
I	0	29302500	28598000	-704500	-2.4
	10	6932500	6881800	-50700	-0.7
	20	1382500	1412500	30000	2.2
	30	269840	286430	16590	6.1
	40	63188	69444	6256	9.9
	Moyenne			-140470.8	3.0
			Minimum	-704500	-2.4
			Maximum	30000	9.9
			Ecart-type	283353	-

Tab. 3.25 Module  $G^*$  au DSR à 1.25Hz – Récupération du liant I mis en solution dans xylène

Module $G^*$ à 1.25 Hz	Température	Base	Liant mis en solution dans xylène et récupéré selon méthode EN		
			Type de liant	[°C]	[Pa]
I	0	29302500	30978000	1675500	5.7
	10	6932500	7574100	641600	9.3
	20	1382500	1547100	164600	11.9
	30	269840	304120	34280	12.7
	40	63188	71659	8471	13.4
	Moyenne			504890.2	10.6
			Minimum	8471	5.7
			Maximum	1675500	13.4
			Ecart-type	628127	-

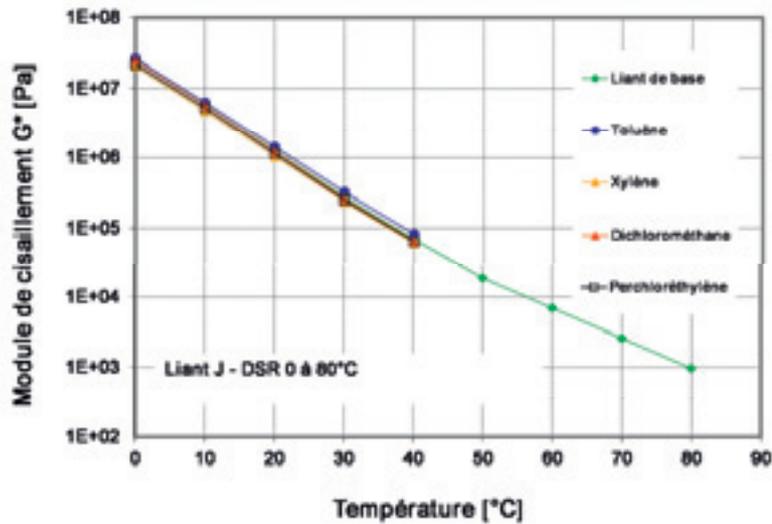


Fig. 3.11 Module  $G^*$  au DSR à 1.25Hz après mise en solution du liant et récupération – J

Tab. 3.26 Module  $G^*$  au DSR à 1.25Hz – Récupération du liant J mis en solution dans toluène

Type de liant	Température [°C]	Base [Pa]	Liant mis en solution dans toluène et récupéré selon méthode SN EN		
			[Pa]	diff [Pa]	diff [%]
J	0	24821000	26290000	1469000	5.9
	10	5855767	6314100	458333	7.8
	20	1247600	1411500	163900	13.1
	30	274013	319380	45367	16.6
	40	68883	82124	13241	19.2
			Moyenne	429968	12.5
		Minimum	13241	5.9	
		Maximum	1469000	19.2	
		Ecart-type	542727	-	

Tab. 3.27 Module  $G^*$  au DSR à 1.25Hz – Récupération du liant J mis en solution dans dichlorométhane

Type de liant	Température [°C]	Base [Pa]	Liant mis en solution dans dichlorométhane et récupéré selon méthode EN		
			[Pa]	diff [Pa]	diff [%]
J	0	24821000	24598000	-223000	-0.9
	10	5855767	5791500	-64267	-1.1
	20	1247600	1214200	-33400	-2.7
	30	274013	261420	-12593	-4.6
	40	68883	65931	-2952	-4.3
			Moyenne	-67242	-2.7
		Minimum	-223000	-4.6	
		Maximum	-2952	-0.9	
		Ecart-type	80665	-	

Tab. 3.28 Module  $G^*$  au DSR à 1.25Hz – Récupération du liant J mis en solution dans perchloréthylène

Module $G^*$ à 1.25 Hz	Température	Base	Liant mis en solution dans perchloréthylène et récupéré selon méthode EN		
			Type de liant	[Pa]	diff [Pa]
	0	24821000	22108000	-2713000	-10.9
	10	5855767	5256900	-598867	-10.2
J	20	1247600	1127000	-120600	-9.7
	30	274013	248780	-25233	-9.2
	40	68883	64221	-4662	-6.8
			Moyenne	-692472	-9.4
			Minimum	-2713000	-10.9
			Maximum	-4662	-6.8
			Ecart-type	1033114	-

Tab. 3.29 Module  $G^*$  au DSR à 1.25Hz – Récupération du liant J mis en solution dans xylène

Module $G^*$ à 1.25 Hz	Température	Base	Liant mis en solution dans xylène et récupéré selon méthode EN		
			Type de liant	[Pa]	diff [Pa]
	0	24821000	20727000	-4094000	-16.5
	10	5855767	4765000	-1090767	-18.6
J	20	1247600	1029200	-218400	-17.5
	30	274013	233380	-40633	-14.8
	40	68883	60859	-8024	-11.6
			Moyenne	-1090365	-15.8
			Minimum	-4094000	-18.6
			Maximum	-8024	-11.6
			Ecart-type	1552775	-

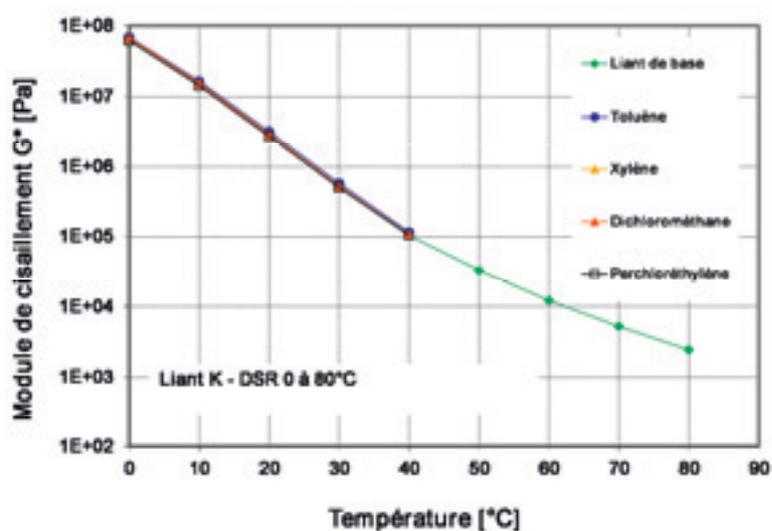


Fig. 3.12 Module  $G^*$  au DSR à 1.25Hz après mise en solution du liant et récupération – K

Tab. 3.30 Module  $G^*$  au DSR à 1.25Hz – Récupération du liant K mis en solution dans toluène

Module $G^*$ à 1.25 Hz	Température	Base	Liant mis en solution dans toluène et récupéré selon méthode SN EN		
Type de liant	[°C]	[Pa]	[Pa]	diff [Pa]	diff [%]
K	0	66002500	68506000	2503500	3.8
	10	15264000	16425000	1161000	7.6
	20	2857400	3172500	315100	11.0
	30	509535	572070	62535	12.3
	40	103490	114800	11310	10.9
				Moyenne	810689
			Minimum	11310	3.8
			Maximum	2503500	12.3
			Ecart-type	941560	-

Tab. 3.31 Module  $G^*$  au DSR à 1.25Hz – Récupération du liant K mis en solution dans dichlorométhane

Module $G^*$ à 1.25 Hz	Température	Base	Liant mis en solution dans dichlorométhane et récupéré selon méthode EN		
Type de liant	[°C]	[Pa]	[Pa]	diff [Pa]	diff [%]
K	0	66002500	66890000	887500	1.3
	10	15264000	15641000	377000	2.5
	20	2857400	2929000	71600	2.5
	30	509535	523240	13705	2.7
	40	103490	106910	3420	3.3
				Moyenne	270645
			Minimum	3420	1.3
			Maximum	887500	3.3
			Ecart-type	337303	-

Tab. 3.32 Module  $G^*$  au DSR à 1.25Hz – Récupération du liant K mis en solution dans perchloréthylène

Module $G^*$ à 1.25 Hz	Température	Base	Liant mis en solution dans perchloréthylène et récupéré selon méthode EN		
Type de liant	[°C]	[Pa]	[Pa]	diff [Pa]	diff [%]
K	0	66002500	62492000	-3510500	-5.3
	10	15264000	14414000	-850000	-5.6
	20	2857400	2740000	-117400	-4.1
	30	509535	504240	-5295	-1.0
	40	103490	105460	1970	1.9
				Moyenne	-896245
			Minimum	-3510500	-5.6
			Maximum	1970	1.9
			Ecart-type	1344890	-

Tab. 3.33 Module  $G^*$  au DSR à 1.25Hz – Récupération du liant K mis en solution dans xylène

Type de liant	Température [°C]	Base [Pa]	Liant mis en solution dans xylène et récupéré selon méthode EN		
			[Pa]	diff [Pa]	diff [%]
K	0	66002500	63540000	-2462500	-3.7
	10	15264000	14815000	-449000	-2.9
	20	2857400	2802200	-55200	-1.9
	30	509535	507240	-2295	-0.5
	40	103490	106280	2790	2.7
				Moyenne	-593241
			Minimum	-2462500	-3.7
			Maximum	2790	2.7
			Ecart-type	949620	-

Les résultats obtenus font l'objet des remarques suivantes :

Sur 100 mesures effectuées , tous bitumes et solvants confondus, 73 mesures sont conformes à l'indication RILEM d'une reproductibilité inférieure à 10%. 19 mesures sont comprises entre 10 et 15% et 8 mesures entre 15 et 20%.

Pour 1 produit sélectionné, le seuil de reproductibilité de 10% est respecté dans tous les cas.

Le dichlorométhane fait l'objet de 2 valeurs >10%, le perchloréthylène fait l'objet de 3 valeurs >10%, le xylène fait l'objet de 8 valeurs >10% et le toluène fait l'objet de 14 valeurs >10%.

### 3.2.4 Evaluation de la fidélité de la répétabilité selon EN 12697-3

Une mesure de la fidélité a été réalisée sur les essais de pénétration à 25°C et de point de ramollissement anneau et bille.

### 3.2.5 Essai de pénétration à 25°C – Mesures de fidélité de la répétabilité

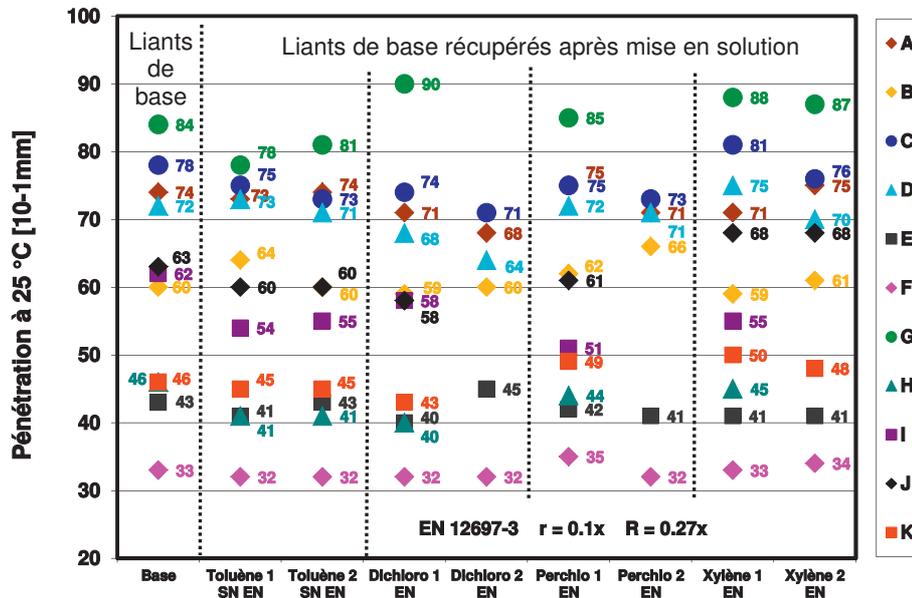


Fig. 3.13 Influence sur la pénétration à 25°C après mise en solution du liant et récupération de 11 liants – Répétabilité

Tab. 3.34 Influence sur la pénétration à 25°C après mise en solution et récupération de 11 liants dans toluène - Répétabilité

Pénétration à 25°C	Base	Liant mis en solution dans toluène et récupéré selon méthode SN EN - Répétabilité			
		1 <sup>er</sup>	2 <sup>ème</sup>	diff	diff
Type de liant / essai	[10 <sup>-1</sup> mm]	[10 <sup>-1</sup> mm]	[10 <sup>-1</sup> mm]	[10 <sup>-1</sup> mm]	[%]
A	74	73	74	-1	-1.4
B	60	64	60	4	6.3
C	78	75	73	2	2.7
D	72	73	71	2	2.7
E	43	41	43	-2	-4.9
F	33	32	32	0	0.0
G	84	78	81	-3	-3.8
H	46	41	41	0	0.0
I	62	54	55	-1	-1.9
J	63	60	60	0	0.0
K	46	45	45	0	0.0
			Moyenne	0.1	0.0
			Minimum	-3.0	-4.9
			Maximum	4.0	6.3
			Ecart-type	1.9	-

Tab. 3.35 Influence sur la pénétration à 25°C après mise en solution et récupération de 11 liants dans dichlorométhane - Répétabilité

Pénétration à 25°C	Base	Liant mis en solution dans dichlorométhane et récupéré selon méthode EN - Répétabilité			
		Type de liant / essai	1 <sup>er</sup> [10 <sup>-1</sup> mm]	2 <sup>ème</sup> [10 <sup>-1</sup> mm]	diff [10 <sup>-1</sup> mm]
A	74	71	68	3	4.2
B	60	59	60	-1	-1.7
C	78	74	71	3	4.1
D	72	68	64	4	5.9
E	43	40	45	-5	-12.5
F	33	32	32	0	0.0
G	84	90	-	-	-
H	46	40	-	-	-
I	62	58	-	-	-
J	63	58	-	-	-
K	46	43	-	-	-
			Moyenne	0.7	0.0
			Minimum	-5.0	-12.5
			Maximum	4.0	5.9
			Ecart-type	3.1	-

Tab. 3.36 Influence sur la pénétration à 25°C après mise en solution et récupération de 11 liants dans perchloréthylène - Répétabilité

Pénétration à 25°C	Base	Liant mis en solution dans perchloréthylène et récupéré selon méthode EN - Répétabilité			
		Type de liant / essai	1 <sup>er</sup> [10 <sup>-1</sup> mm]	2 <sup>ème</sup> [10 <sup>-1</sup> mm]	diff [10 <sup>-1</sup> mm]
A	74	75	71	4	5.3
B	60	62	66	-4	-6.5
C	78	75	73	2	2.7
D	72	72	71	1	1.4
E	43	42	41	1	2.4
F	33	35	32	3	8.6
G	84	85	-	-	-
H	46	44	-	-	-
I	62	51	-	-	-
J	63	61	-	-	-
K	46	49	-	-	-
			Moyenne	1.2	2.3
			Minimum	-4.0	-6.5
			Maximum	4.0	8.6
			Ecart-type	2.5	-

Tab. 3.37 Influence sur la pénétration à 25°C après mise en solution et récupération de 11 liants dans xylène - Répétabilité

Pénétration à 25°C	Base	Liant mis en solution dans xylène et récupéré selon méthode EN - Répétabilité			
		1 <sup>er</sup>	2 <sup>ème</sup>	diff	diff
Type de liant / essai	[10 <sup>-1</sup> mm]	[10 <sup>-1</sup> mm]	[10 <sup>-1</sup> mm]	[10 <sup>-1</sup> mm]	[%]
A	74	71	75	-4	-5.6
B	60	59	61	-2	-3.4
C	78	81	76	5	6.2
D	72	75	70	5	6.7
E	43	41	41	0	0.0
F	33	33	34	-1	-3.0
G	84	88	87	1	1.1
H	46	45	-	-	-
I	62	55	-	-	-
J	63	68	68	0	0.0
K	46	50	48	2	4.0
			Moyenne	0.7	0.7
			Minimum	-4.0	-5.6
			Maximum	5.0	6.7
			Ecart-type	2.8	-

Les résultats obtenus font l'objet des remarques suivantes :

Tous les liants ont été testés dans le cas du toluène et partiellement pour le dichlorométhane, le perchloréthylène et le xylène. Une procédure complète de mise en solution a été effectuée avec un espacement de plusieurs jours pour la répétition.

Tous les produits testés satisfont aux exigences de répétabilité avec une valeur de fidélité de 0.1x calculée sur la valeur de la moyenne des résultats comparés.

Dans le cas de la solution de toluène, la différence moyenne pour les 11 produits est de  $0.1 \cdot 10^{-1}$  mm avec une valeur minimum de  $-3 \cdot 10^{-1}$  mm et maximum de  $4 \cdot 10^{-1}$  mm soit une différence de -4.9% à 6.3%.

Pour la solution dichlorométhane, la différence moyenne pour les 11 produits est de  $0.7 \cdot 10^{-1}$  mm représentant avec une valeur minimum de  $-5 \cdot 10^{-1}$  mm et maximum de  $4 \cdot 10^{-1}$  mm. soit une différence de -12.5% à 5.9%.

Pour la solution de perchloréthylène, la différence moyenne pour les 11 produits est de  $1.2 \cdot 10^{-1}$  mm avec une valeur minimum de  $-4 \cdot 10^{-1}$  mm et maximum de  $4 \cdot 10^{-1}$  mm. soit une différence de -6.5% à 8.6%.

Pour la solution de xylène, la différence moyenne pour les 11 produits est de  $0.7 \cdot 10^{-1}$  mm avec une valeur minimum de  $-4 \cdot 10^{-1}$  mm et maximum de  $5 \cdot 10^{-1}$  mm. soit une différence de -5.6% à 6.7%.

### 3.2.6 Essai de ramollissement A&B – Mesure de fidélité de la répétabilité

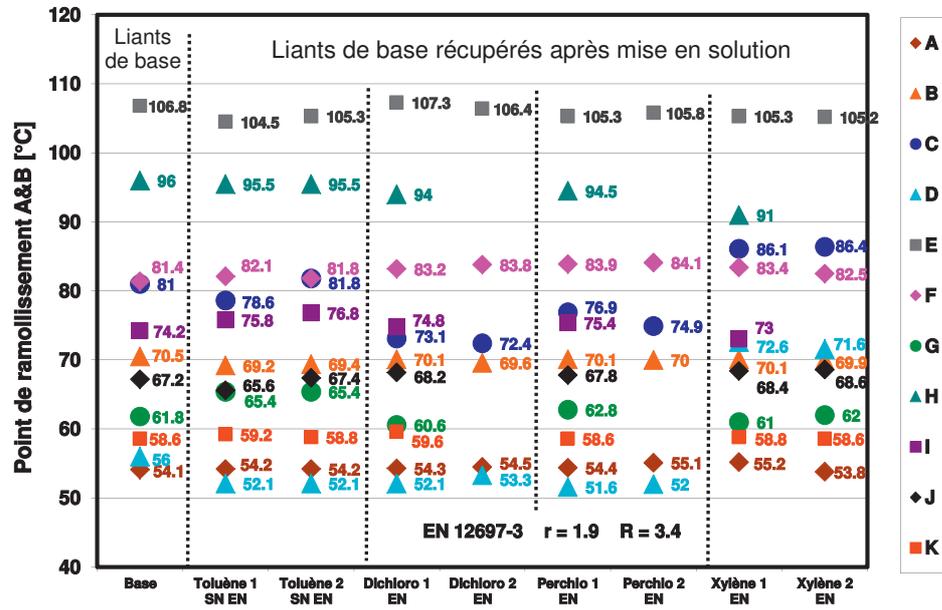


Fig. 3.14 Influence sur température A&B après mise en solution du liant et récupération de 11 liants - Répétabilité

Tab. 3.38 Influence sur température A&B après mise en solution et récupération de 11 liants dans toluène - Répétabilité

Ramollissement A&B	Base	Liant mis en solution dans toluène et récupéré selon méthode SN EN - Répétabilité			
		1 <sup>er</sup>	2 <sup>ème</sup>	diff	diff
Type de liant / essai	[°C]	[°C]	[°C]	[°C]	[%]
A	54.1	54.2	54.2	0	0.0
B	70.5	69.2	69.4	-0.2	-0.3
C	81	78.6	81.8	-3.2	-4.1
D	56	52.1	52.1	0	0.0
E	106.8	104.5	105.3	-0.8	-0.8
F	81.4	82.1	81.8	0.3	0.4
G	61.8	65.4	65.4	0	0.0
H	96	95.5	95.5	0	0.0
I	74.2	75.8	76.8	-1	-1.3
J	67.2	65.6	67.4	-1.8	-2.7
K	58.6	59.2	58.8	0.4	0.7
Moyenne				-0.6	-0.7
Minimum				-3.2	-4.1
Maximum				0.4	0.7
Ecart-type				1.0	-

Tab. 3.39 Influence sur température A&B après mise en solution et récupération de 11 liants dans dichlorométhane - Répétabilité

Ramollissement A&B	Base	Liant mis en solution dans dichlorométhane et récupéré selon méthode EN - Répétabilité			
		1 <sup>er</sup>	2 <sup>ème</sup>	diff	diff
Type de liant / essai	[°C]	[°C]	[°C]	[°C]	[%]
A	54.1	54.3	54.5	-0.2	-0.4
B	70.5	70.1	69.6	0.5	0.7
C	81	73.1	72.4	0.7	1.0
D	56	52.1	53.3	-1.2	-2.3
E	106.8	107.3	106.4	0.9	0.8
F	81.4	83.2	83.8	-0.6	-0.7
G	61.8	60.6	-	-	-
H	96	94	-	-	-
I	74.2	74.8	-	-	-
J	67.2	68.2	-	-	-
K	58.6	59.6	-	-	-
			Moyenne	0.0	-0.1
			Minimum	-1.2	-2.3
			Maximum	0.9	1.0
			Ecart-type	0.8	-

Tab. 3.40 Influence sur température A&B après mise en solution et récupération de 11 liants dans perchloréthylène - Répétabilité

Ramollissement A&B	Base	Liant mis en solution dans perchloréthylène et récupéré selon méthode EN - Répétabilité			
		1 <sup>er</sup>	2 <sup>ème</sup>	diff	diff
Type de liant / essai	[°C]	[°C]	[°C]	[°C]	[%]
A	54.1	54.4	55.1	-0.7	-1.3
B	70.5	70.1	70	0.1	0.1
C	81	76.9	74.9	2	2.6
D	56	51.6	52	-0.4	-0.8
E	106.8	105.3	105.8	-0.5	-0.5
F	81.4	83.9	84.1	-0.2	-0.2
G	61.8	62.8	-	-	-
H	96	94.5	-	-	-
I	74.2	75.4	-	-	-
J	67.2	67.8	-	-	-
K	58.6	58.6	-	-	-
			Moyenne	0.1	0.0
			Minimum	-0.7	-1.3
			Maximum	2.0	2.6
			Ecart-type	0.9	-

Tab. 3.41 Influence sur température A&B après mise en solution et récupération de 11 liants dans xylène - Répétabilité

Ramollissement A&B	Base	Liant mis en solution dans xylène et récupéré selon méthode EN - Répétabilité			
		1 <sup>er</sup>	2 <sup>ème</sup>	diff	diff
Type de liant / essai	[°C]	[°C]	[°C]	[°C]	[%]
A	54.1	55.2	53.8	1.4	2.5
B	70.5	70.1	69.9	0.2	0.3
C	81	86.1	86.4	-0.3	-0.3
D	56	72.6	71.6	1	1.4
E	106.8	105.3	105.2	0.1	0.1
F	81.4	83.4	82.5	0.9	1.1
G	61.8	61	62	-1	-1.6
H	96	91	-	-	-
I	74.2	73	-	-	-
J	67.2	68.4	68.6	-0.2	-0.3
K	58.6	58.8	58.6	0.2	0.3
			Moyenne	0.3	0.4
			Minimum	-1.0	-1.6
			Maximum	1.4	2.5
			Ecart-type	0.7	-

Les résultats obtenus font l'objet des remarques suivantes :

Tous les liants ont été testés dans le cas du toluène et partiellement pour le dichlorométhane, le perchloréthylène et le xylène. Une procédure complète de mise en solution a été effectuée avec un espacement de plusieurs jours pour la répétition.

Tous les produits testés, sauf le liant C dans le cas du toluène et du perchloréthylène, satisfont aux exigences de répétabilité avec une valeur de fidélité de  $\pm 1.9^\circ\text{C}$  par rapport à la valeur moyenne des résultats comparés.

Dans le cas de la solution de toluène, la différence moyenne pour les 11 produits est de  $-0.6^\circ\text{C}$  avec une valeur minimum de  $-3.2^\circ\text{C}$  et maximum de  $0.4^\circ\text{C}$  soit une différence de  $-4.1\%$  à  $0.7\%$ .

Pour la solution dichlorométhane, la différence moyenne pour 6 produits est de  $0.0^\circ\text{C}$  avec une valeur minimum de  $-1.2^\circ\text{C}$  et maximum de  $0.9^\circ\text{C}$  soit une différence de  $-2.3\%$  à  $1.0\%$ .

Pour la solution de perchloréthylène, la différence moyenne pour 6 produits est de  $0.1^\circ\text{C}$  avec une valeur minimum de  $-0.7^\circ\text{C}$  et maximum de  $2^\circ\text{C}$  soit une différence de  $-1.3\%$  à  $2.6\%$ .

Pour la solution de xylène, la différence moyenne pour 9 produits est de  $0.3^\circ\text{C}$  avec une valeur minimum de  $-1^\circ\text{C}$  et maximum de  $1.4^\circ\text{C}$  soit une différence de  $-1.6\%$  à  $2.5\%$ .

### 3.2.7 Analyse des résultats, liants de base récupérés après mise en solution

L'étude sur les liants PmB de base mis en solution et récupérés comprenant les essais de "Pénétration à 25°C selon EN 1426", de "Point de ramollissement anneau et bille selon EN 1427" et de "Détermination du Module complexe au DSR selon EN 14770" a montré que les conditions d'essais définies dans la norme ([22] Norme SN 670403a-NA, , 2008) convenaient pour une récupération au toluène. Les paramètres d'essais EN, comprenant la température, la pression et le temps ont été adaptés, dans le cadre de cette recherche, aux 3 autres solvants sélectionnés, dichlorométhane, perchloréthylène et xylène. Ils ont permis d'obtenir également des résultats satisfaisants pour la plus grande majorité des couples liants/solvants traités. Ces procédures ont été retenues pour une application à la phase 3 qui traite de l'étude sur les liants récupérés d'enrobés.

## 3.3 Phase 3 – Etude sur les liants récupérés d'enrobés

### Sélection des liants pour étude sur enrobés

En fonction des résultats obtenus provenant de l'étude sur les liants mis en solution et récupérés, 5 liants PmB ont été sélectionnés pour la phase 3 de la recherche avec pour objectif l'évaluation des paramètres, récupération du liant / type de solvant, à partir d'enrobé.

La sélection a été effectuée sur la base d'une analyse des résultats des différents essais. Elle comprend 2 échantillons avec une concordance élevée, 1 échantillon avec une concordance moyenne et 2 échantillons avec une concordance plus faible.

Tab. 3.42 Liste des liants sélectionnés, paramètres et critères

Code	Dénomination EN classe / exigences	Polymères	% polymères	Adjuvants	Concordance	Laboratoire
<b>A</b>	65/105-45 (C) (70/100 – 48)	SBS	-	-	élevée	LAVOC
<b>C</b>	65/105-60 (E) (70/100 – 60)	SBS	-	-	plus faible	LAVOC
<b>F</b>	10 – 75	SBS-EVA	< 5%	NV paraffine	élevée	LAVOC
<b>I</b>	45/80-65 (E) (50/70 – 65)	SBS	-	-	plus faible	EMPA
<b>H</b>	25/55-65 (E) (30/50 – 65)	SBS	-	-	moyenne	EMPA

### 3.3.1 Fabrication d'enrobé AC MR 8 en laboratoire

Un enrobé de type AC MR 8 a été choisi pour l'étude de récupération des liants PmB à partir d'enrobé. La courbe granulométrique ainsi que la teneur en liant ont des caractéristiques médianes aux prescriptions. Les granulats, de type silico-calcaire, proviennent de la carrière de Balmholz. Pour chaque type de liant, il a été fabriqué 65 kg d'enrobé, en 2 gâchées de 32.5 kg. L'enrobé a été mélangé, quarté et conditionné dans des bidons métalliques en 25 échantillons de 2.4 kg puis répartis entre les 2 laboratoires de recherches. Les enrobés ont tous été fabriqués au LAVOC.

Teneur en liant sur enrobé : **6.20 %**      Rapport filler/bitume : **1.29**  
 Teneur en liant sur granulats : **6.61 %**      Module de richesse : **3.93**

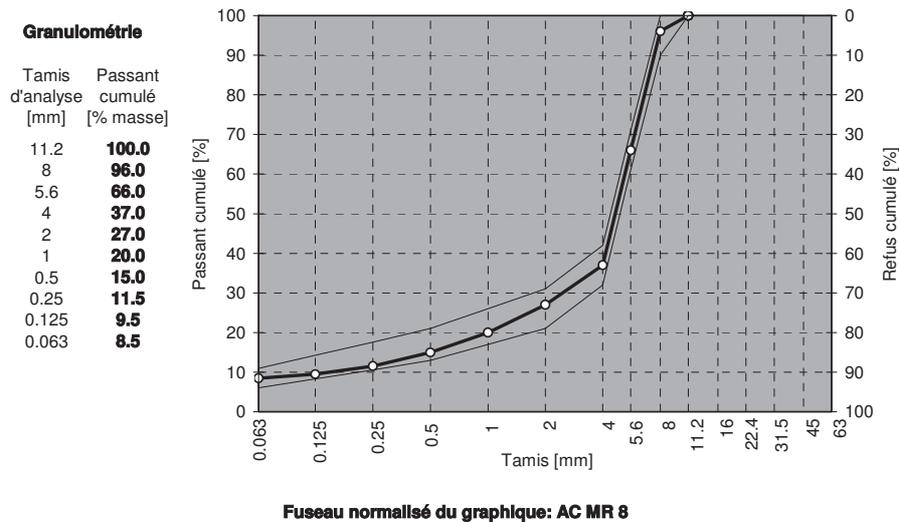


Fig. 3.15 Caractéristiques de l'enrobé AC MR 8 fabriqué en laboratoire

#### Conditions de fabrication de l'enrobé AC MR 8

Les gâchées d'enrobé de 32.5 kg ont été fabriquées dans un malaxeur à hélice hélicoïdale. La durée de malaxage est de 4 minutes 30 secondes pour toute les fabrications.

Tab. 3.43 Conditions de fabrication de l'enrobé AC MR 8

Code liant	Température [°C]		
	Liant	Granulats	Fabrication
A	155	155	155
C	150	150	150
F	150	150	150
I	170	170	170
H	140	140	140

### 3.3.2 Essais sur liants récupérés d'enrobé AC MR 8

L'étude sur les liants récupérés des enrobés AC MR 8 fabriqués en laboratoire a été effectuée sur 5 produits différents, fabriqués avec les liants PmB: A, C, F, I et H. Les essais suivants ont été sélectionnés pour cette étude:

- Pénétration à 25°C selon EN 1426
- Point de ramollissement anneau et bille selon EN 1427
- Retour élastique selon EN 13398
- Module complexe au DSR selon EN 14770
- Visualisation de la dispersion des polymères dans les bitumes modifiés par des polymères selon EN 13632 (microscopie à épifluorescence)

L'extraction du liant a été réalisée selon SN EN 12697-1, méthode à tiède avec agitation (selon B.1.6) puis centrifugation pour séparation des particules minérales. Chaque bidon métallique contenant l'échantillon de 2.4 kg d'enrobé a été réchauffé en étuve à une température inférieure mais proche du point d'ébullition du solvant considéré. L'extraction du liant a été effectuée par trempage, agitation et brassage avec environ 1000 ml de solvant tiédi puis par rinçage des particules minérales sur un tamis de 0.063 mm avec environ 400 ml de solvant à température ambiante. Lors de la centrifugation pour séparer le filler de la solution solvant/liant, il a été utilisé environ 200 ml pour le rinçage. Le volume total de solution soumis à l'extraction est d'environ 1'600 ml. L'exposition du liant au solvant et d'environ 4 h au minimum pour des essais réalisés dans la journée et d'environ 16 h au maximum pour les essais réalisés sur 2 jours. Cette méthodologie donne des résultats identiques à une extraction à chaud.

Pour évaluer la qualité de la répétabilité, une répétition de la procédure complète d'extraction, récupération puis essais, de pénétration à 25°C, de ramollissement anneau & bille et de retour élastique a été effectuée sur les 3 produits contenant les liants A, C et F et partiellement pour les produits contenant les liants I et H.

### 3.3.3 Essai de pénétration à 25°C selon EN 1426

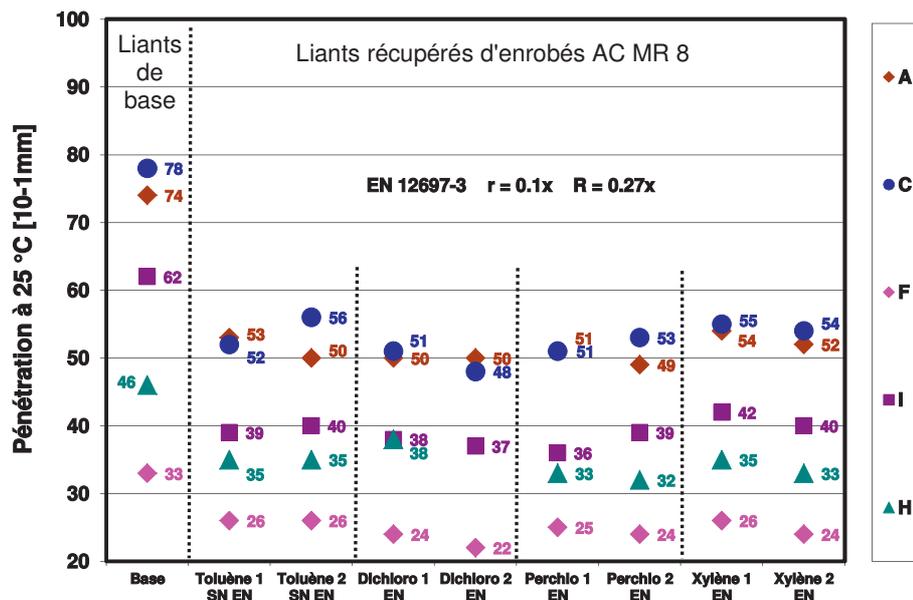


Fig. 3.16 Influence sur pénétration à 25°C après récupération sur AC MR 8 et répétabilité

Tab. 3.44 Influence sur pénétration à 25°C après récupération sur AC MR 8 et répétabilité – Toluène

Pénétration à 25°C	Base	Liant de l'enrobé mis en solution dans toluène et récupéré selon méthode SN EN - Répétabilité			
		1 <sup>er</sup>	2 <sup>ème</sup>	diff	diff
Type de liant / essai	[10 <sup>-1</sup> mm]	[10 <sup>-1</sup> mm]	[10 <sup>-1</sup> mm]	[10 <sup>-1</sup> mm]	[%]
A	74	53	50	3	5.7
C	78	52	56	-4	-7.7
F	33	26	26	0	0
I	62	39	40	-1	-2.6
H	46	35	35	0	0
			Moyenne	-0.4	-0.9
			Minimum	-4.0	-7.7
			Maximum	3.0	5.7
			Ecart-type	2.2	-

Tab. 3.45 Influence sur pénétration à 25°C après récupération sur AC MR 8 et répétabilité – Dichlorométhane

Pénétration à 25°C	Base	Liant de l'enrobé mis en solution dans dichlorométhane et récupéré selon méthode EN - Répétabilité			
		1 <sup>er</sup>	2 <sup>ème</sup>	diff	diff
Type de liant / essai	[10 <sup>-1</sup> mm]	[10 <sup>-1</sup> mm]	[10 <sup>-1</sup> mm]	[10 <sup>-1</sup> mm]	[%]
A	74	50	50	0	0
C	78	51	48	3	5.9
F	33	24	22	2	8.3
I	62	38	37	1	2.6
H	46	38*	-*	-	-
			Moyenne	1.5	4.2
			Minimum	0.0	0.0
			Maximum	3.0	8.3
			Ecart-type	1.1	-

\*une récupération complète n'était pas possible

Tab. 3.46 Influence sur pénétration à 25°C après récupération sur AC MR 8 et répétabilité - Perchloréthylène

Pénétration à 25°C	Base	Liant de l'enrobé mis en solution dans perchloréthylène et récupéré selon méthode EN - Répétabilité			
		1 <sup>er</sup>	2 <sup>ème</sup>	diff	diff
Type de liant / essai	[10 <sup>-1</sup> mm]	[10 <sup>-1</sup> mm]	[10 <sup>-1</sup> mm]	[10 <sup>-1</sup> mm]	[%]
A	74	51	49	2	3.9
C	78	51	53	-2	-3.9
F	33	25	24	1	4.0
I	62	36	39	-3	-8.3
H	46	33	32	1	3.0
			Moyenne	-0.2	-0.3
			Minimum	-3.0	-8.3
			Maximum	2.0	4.0
			Ecart-type	1.9	-

Tab. 3.47 Influence sur pénétration à 25°C après récupération sur AC MR 8 et répétabilité - Xylène

Pénétration à 25°C	Base	Liant de l'enrobé mis en solution dans xylène et récupéré selon méthode EN - Répétabilité			
		1 <sup>er</sup> [10 <sup>-1</sup> mm]	2 <sup>ème</sup> [10 <sup>-1</sup> mm]	diff [10 <sup>-1</sup> mm]	diff [%]
A	74	54	52	2	3.7
C	78	55	54	1	1.8
F	33	26	24	2	7.7
I	62	42	40	2	4.8
H	46	35	33	2	5.7
			Moyenne	1.8	4.7
			Minimum	1.0	1.8
			Maximum	2.0	7.7
			Ecart-type	0.4	-

Dans le cas de la répétabilité de l'essai de pénétration, tous les résultats obtenus satisfont aux exigences de fidélité avec une différence entre 2 résultats d'essai, inférieure à la valeur de 0.1 x (définie pour les bitumes traditionnels).

D'autre part, pour la résistance au durcissement qui donne une information sur le taux de vieillissement thermique, on remarque des valeurs de pénétration résiduelle conformes aux exigences de la norme SN 670 210b-NA. Pour 39 essais réalisés, 38 résultats montrent une pénétration résiduelle ≥60% (selon SN EN 12607-1, essai de résistance au durcissement RTFOT) et une valeur hors limite, à 58%. Il faut préciser que cette exigence ne concerne pas spécifiquement le liant récupéré des enrobés fabriqués en centrale d'enrobage ou en laboratoire, mais qu'elle est appliquée par analogie.

On ne remarque pas de tendance liée au type de solvant utilisé et en particulier il est remarquable de constater que les deux solvants chlorés ne semblent pas générer d'effet significatif autant pour un éventuel durcissement du liant, lié au temps d'exposition du liant au solvant, que pour un ramollissement du liant, lié à une difficulté d'extraction accrue.

### 3.3.4 Essai de ramollissement A&B selon EN 1427

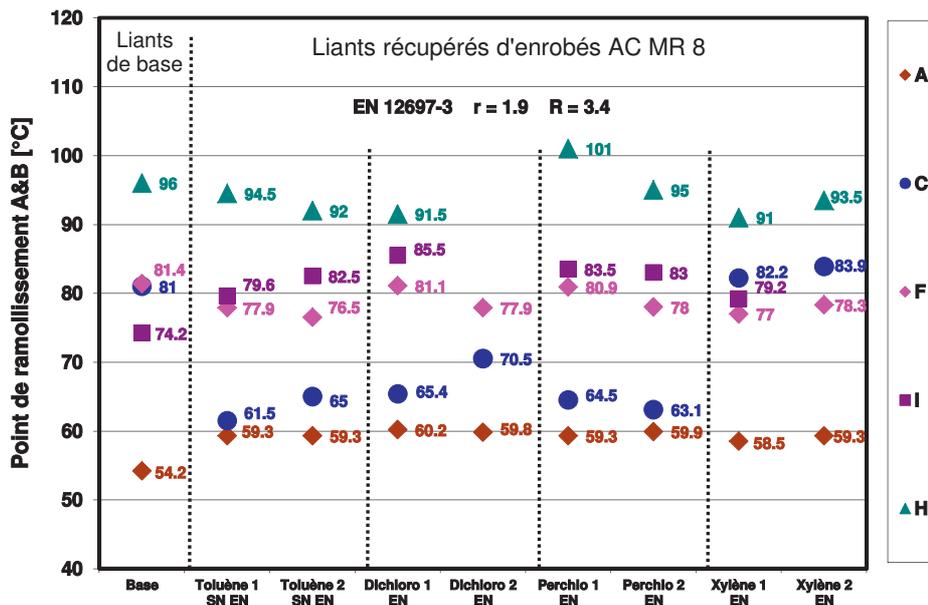


Fig. 3.17 Influence sur A&B après récupération sur AC MR 8 et répétabilité

Tab. 3.48 Influence sur A&B après récupération sur AC MR 8 et répétabilité – Toluène

Ramollissement A&B	Base	Liant de l'enrobé mis en solution dans toluène et récupéré selon méthode SN EN - Répétabilité			
		Type de liant / essai	1 <sup>er</sup> [°C]	2 <sup>ème</sup> [°C]	diff [°C]
A	54.2	59.3	59.3	0	0.0
C	81	61.5	65	-3.5	-5.7
F	84.6	77.9	76.5	1.4	1.8
I	74.2	79.6	82.5	-2.9	-3.6
H	96	94.5	92	2.5	2.6
			Moyenne	-0.5	-1.0
			Minimum	-3.5	-5.7
			Maximum	2.5	2.6
			Ecart-type	2.4	-

Tab. 3.49 Influence sur A&B après récupération sur AC MR 8 et répétabilité - Dichlorométhane

Ramollissement A&B	Base	Liant de l'enrobé mis en solution dans dichlorométhane et récupéré selon méthode EN - Répétabilité			
		Type de liant / essai	1 <sup>er</sup> [°C]	2 <sup>ème</sup> [°C]	diff [°C]
A	54.2	60.2	59.8	0.4	0.7
C	81	65.4	70.5	-5.1	-7.8
F	84.6	81.1	77.9	3.2	3.9
I	74.2	85.5	-	-	-
H	96	91.5	-	-	-
			Moyenne	-0.5	-1.1
			Minimum	-5.1	-7.8
			Maximum	3.2	3.9
			Ecart-type	3.4	-

Tab. 3.50 Influence sur A&B après récupération sur AC MR 8 et répétabilité - Perchloréthylène

Ramollissement A&B	Base	Liant de l'enrobé mis en solution dans perchloréthylène et récupéré selon méthode EN - Répétabilité			
		Type de liant / essai	1 <sup>er</sup> [°C]	2 <sup>ème</sup> [°C]	diff [°C]
A	54.2	59.3	59.9	-0.6	-1.0
C	81	64.5	63.1	1.4	2.2
F	84.6	80.9	78	2.9	3.6
I	74.2	83.5	83	0.5	0.6
H	96	101	95	6	5.9
			Moyenne	2.0	2.3
			Minimum	-0.6	-1.0
			Maximum	6.0	5.9
			Ecart-type	2.3	-

Tab. 3.51 Influence sur A&B après récupération sur AC MR 8 et répétabilité - Xylène

Ramollissement A&B	Base	Liant de l'enrobé mis en solution dans xylène et récupéré selon méthode EN - Répétabilité			
		1 <sup>er</sup> [°C]	2 <sup>ème</sup> [°C]	diff [°C]	diff [%]
A	54.2	58.5	59.3	-0.8	-1.4
C	81	82.2	83.9	-1.7	-2.1
F	84.6	77	78.3	-1.3	-1.7
I	74.2	79.2	-	-	-
H	96	91	93.5	-2.5	-2.7
			Moyenne	-1.6	-2.0
			Minimum	-2.5	-2.7
			Maximum	-0.8	-1.4
			Ecart-type	0.6	-

Dans le cas de la répétabilité de l'essai de détermination du point de ramollissement anneau et bille, 29 résultats sur 37 essais réalisés satisfont aux exigences de fidélité avec une différence entre 2 résultats d'essai, inférieure ou égale à la valeur de 1.9°C (définie pour les bitumes traditionnels).

D'autre part, pour la résistance au durcissement qui donne une information sur le taux de vieillissement thermique, on remarque une forte majorité de valeurs de ramollissement anneau et bille non conformes aux exigences de la norme SN 670 210b-NA, contrairement aux résultats obtenus lors de l'étude de mise en solution et de récupération des liants. Dans le cas de la récupération du liant de l'enrobé, il y a probablement un effet significatif lié à la restructuration du liant et modification de la micromorphologie de la structure polymère. Il faut préciser que comme dans le cas de l'essai de pénétration, cette exigence ne concerne pas spécifiquement le liant récupéré des enrobés, mais qu'elle est appliquée par analogie.

On ne remarque pas de tendance systématique liée au type de solvant utilisé.

### 3.3.5 Essai de retour élastique selon EN 13398

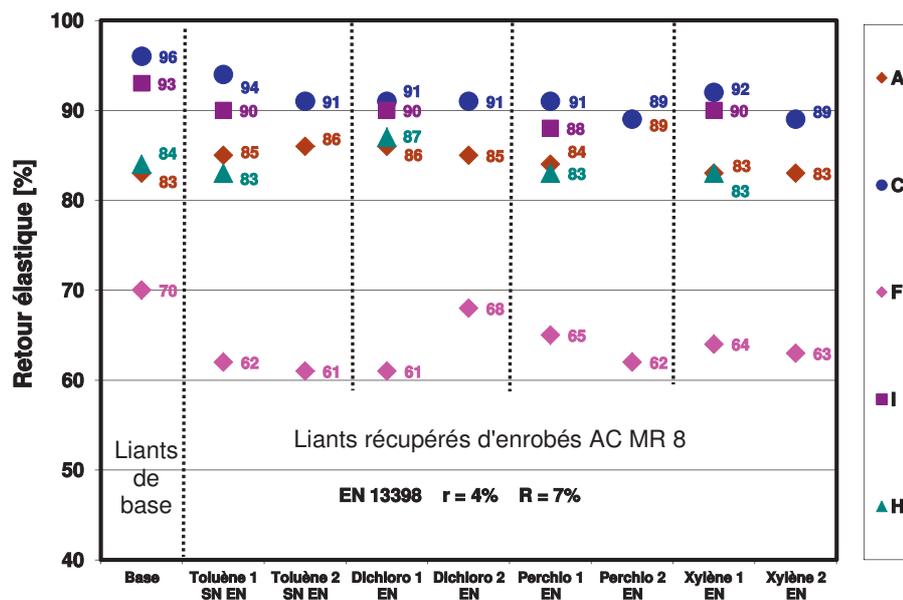


Fig. 3.18 Influence sur le retour élastique après récupération sur enrobés AC MR 8 et répétabilité

Tab. 3.52 Influence sur retour élastique après récupération sur AC MR 8 et répétabilité - Toluène

Retour élastique	Base	Liant de l'enrobé mis en solution dans toluène et récupéré selon méthode SN EN - Répétabilité		
		1 <sup>er</sup>	2 <sup>ème</sup>	diff
Type de liant / essai	[%]	[%]	[%]	[%]
A	83	85	86	-1
C	96	94	91	3
F	70	62	61	1
I	93	90	-	-
H	84	83	-	-
			Moyenne	1.0
			Minimum	-1.0
			Maximum	3.0
			Ecart-type	1.6

Tab. 3.53 Influence sur retour élastique après récupération sur AC MR 8 et répétabilité - Dichlorométhane

Retour élastique	Base	Liant de l'enrobé mis en solution dans dichlorométhane et récupéré selon méthode EN - Répétabilité		
		1 <sup>er</sup>	2 <sup>ème</sup>	diff
Type de liant / essai	[%]	[%]	[%]	[%]
A	83	86	85	1
C	96	91	91	0
F	70	61	68	-7
I	93	90	-	-
H	84	87	-	-
			Moyenne	-2.0
			Minimum	-7.0
			Maximum	1.0
			Ecart-type	3.6

Tab. 3.54 Influence sur retour élastique après récupération sur AC MR 8 et répétabilité - Perchloréthylène

Retour élastique	Base	Liant de l'enrobé mis en solution dans perchloréthylène et récupéré selon méthode EN - Répétabilité		
		1 <sup>er</sup>	2 <sup>ème</sup>	diff
Type de liant / essai	[%]	[%]	[%]	[%]
A	83	84	89	-5
C	96	91	89	2
F	70	65	62	3
I	93	88	-	-
H	84	83	-	-
			Moyenne	0.0
			Minimum	-5.0
			Maximum	3.0
			Ecart-type	3.6

*Tab. 3.55 Influence sur retour élastique après récupération sur AC MR 8 et répétabilité - Xylène*

Retour élastique	Base	Liant de l'enrobé mis en solution dans xylène et récupéré selon méthode EN - Répétabilité		
		1 <sup>er</sup> [%]	2 <sup>ème</sup> [%]	diff [%]
A	83	83	83	0
C	96	92	89	3
F	70	64	63	1
I	93	90	-	-
H	84	83	-	-
			Moyenne	1.3
			Minimum	0.0
			Maximum	3.0
			Ecart-type	1.2

Dans le cas de la répétabilité de l'essai de retour élastique, il n'existe pas de valeurs de fidélité pour l'essai réalisé sur liants PmB récupérés. Néanmoins si l'on analyse les résultats obtenus avec les critères de fidélité définis sur la base de l'analyse de liants selon SN 670 547, pour 24 essais réalisés, 22 résultats obtenus satisfont aux exigences de fidélité de répétabilité avec une différence entre 2 résultats d'essai, inférieure ou égale à 4% et tous satisfont à la valeur de fidélité de la reproductibilité, fixée à 7% (valeur définie pour les bitumes PmB).

D'autre part, pour la résistance au durcissement qui donne une information sur le taux de vieillissement thermique, on remarque des valeurs de retour élastique conformes aux exigences de la norme SN 670 210b-NA. Pour 32 essais réalisés, tous les résultats obtenus satisfont aux seuils d'exigences de valeurs pour un test à 25°C autant pour les bitumes PmB du domaine d'application classique de type CH-C avec un seuil  $\geq 50\%$  que pour les bitumes PmB du domaine d'application élevé de type CH-E avec un seuil  $\geq 60\%$ . Il faut mettre en évidence les valeurs de retour élastique des liants récupérés à partir des enrobés, remarquablement proches des valeurs de retour élastique obtenues sur les liants de base. L'effet lié à la fabrication de l'enrobé et à la récupération du liant et à sa restructuration est très faible.

Comme dans le cas des essais de pénétration et de ramollissement anneau et bille, on ne remarque pas de tendance liée au type de solvant utilisé.

### 3.3.6 Détermination du module complexe au DSR selon EN 14770

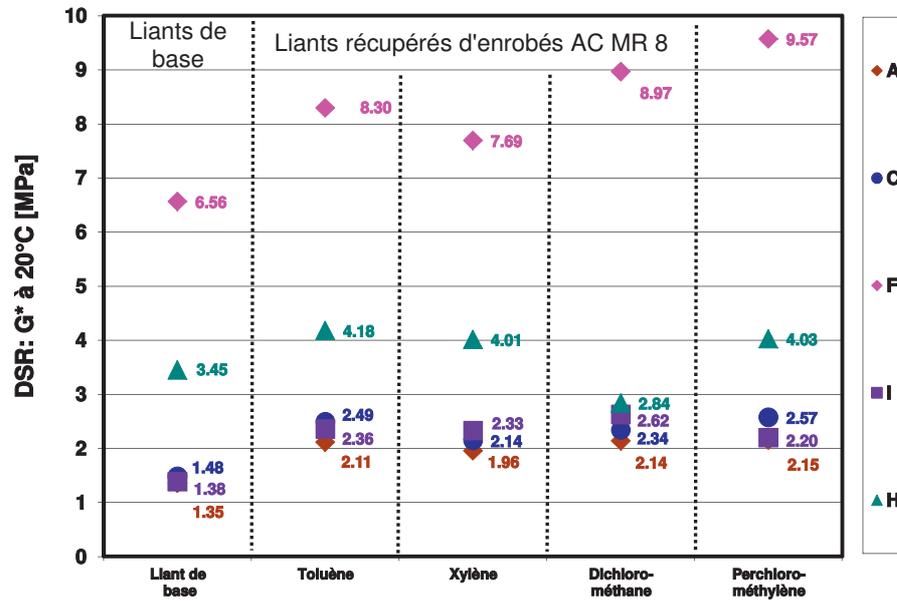


Fig. 3.19 Influence sur le module complexe  $G^*$  après récupération sur AC MR 8

Comme déjà observé avec l'essai de pénétration, en général il n'y a pas de différence significative entre les différents types de solvant. Le liant SHC qui a posé quelques problèmes lors de l'extraction, montre une valeur trop basse, même inférieure au liant de base. Le liant BNV avec un module complexe très élevé, indique des différences élevées entre tous les solvants. Avec le xylène et le toluène des valeurs plus basses sont observées. Cela pourrait être l'indication, que des liants modifiés avec des polymères SBS/EVA et ajout de cire, sont plus difficiles à récupérer, en particulier avec des solvants chlorés. On ne remarque pas de tendance liée au type de solvant utilisé et en particulier il est remarquable de constater que les deux solvants chlorés ne semblent pas générer d'effet significatif autant pour un éventuel durcissement du liant, lié au temps d'exposition du liant au solvant, que pour un ramollissement du liant, lié à une difficulté d'extraction accrue.

### 3.3.7 Visualisation de la dispersion des polymères selon EN 13632

Il a été démontré, dans plusieurs études, que l'histoire thermique avait une importance significative sur la restructuration du bitume avec en particulier, pour les PmB, une incidence sur la micromorphologie de la structure polymère, pouvant influencer les caractéristiques rhéologiques.

La norme EN 13632 décrit une méthode de visualisation de la distribution des polymères dans les bitumes modifiés par des polymères, par microscopie de fluorescence. La méthode est applicable à la plupart des polymères utilisés commercialement, mais il est recommandé de vérifier que l'essai s'applique au polymère en présence avant d'utiliser la méthode. Il convient d'utiliser la méthode seulement à des fins d'identification, c'est à dire en rapport avec des contrôles de production. La préparation de l'échantillon et son traitement ont une influence importante sur les résultats de l'essai, aussi est-il essentiel de suivre strictement la méthode décrite en vue d'obtenir des résultats comparables.

#### Principe

Un échantillon de bitume modifié par des polymères est réchauffé à la température de fabrication puis homogénéisé par agitation douce et versé dans un moule préchauffé. Après un refroidissement contrôlé jusqu'à la température ambiante, l'échantillon est refroidi jusqu'à au moins  $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$  pendant une durée minimale. La couche de bitume est cassée en petits morceaux et la surface fraîchement cassée est observée sous un microscope avec un grossissement de 25 fois à 500 fois. Les images obtenues peuvent être enregistrées par un procédé photographique ou électronique.

Dans le cadre de cette étude les conditions de préparation des échantillons sont les suivantes: les bitumes A et C ont été rhéomogénéisés, en fin d'essai de récupération, à une température de  $145^{\circ}\text{C}$  et les bitumes F, I et H réchauffés après récupération, à  $175^{\circ}\text{C}$  dans le bain d'huile, puis rhéomogénéisés. Le cas du xylène est particulier car la 2<sup>ème</sup> phase de récupération se déroule à une température de  $180^{\circ}\text{C}$  (valable pour les 5 bitumes testés). Le grossissement appliqué dans le cadre de cette étude est de 200 x avec une image carrée de 512 par 512 pixels représentant un échantillon de  $340.6\text{ }\mu\text{m}$  de côté.

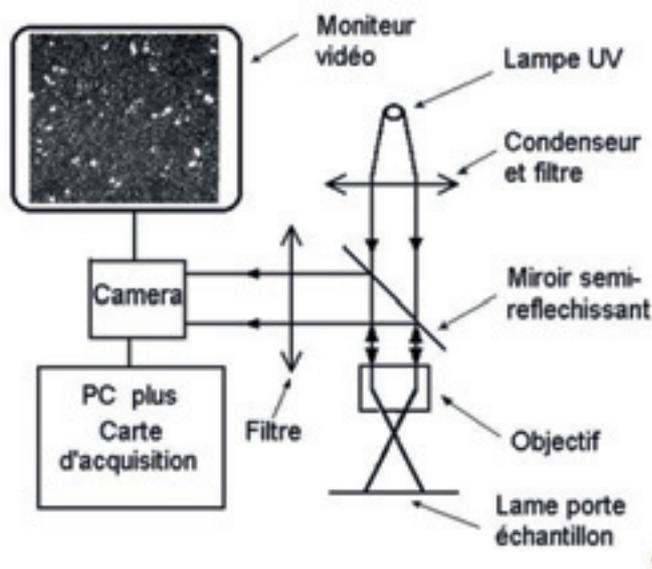
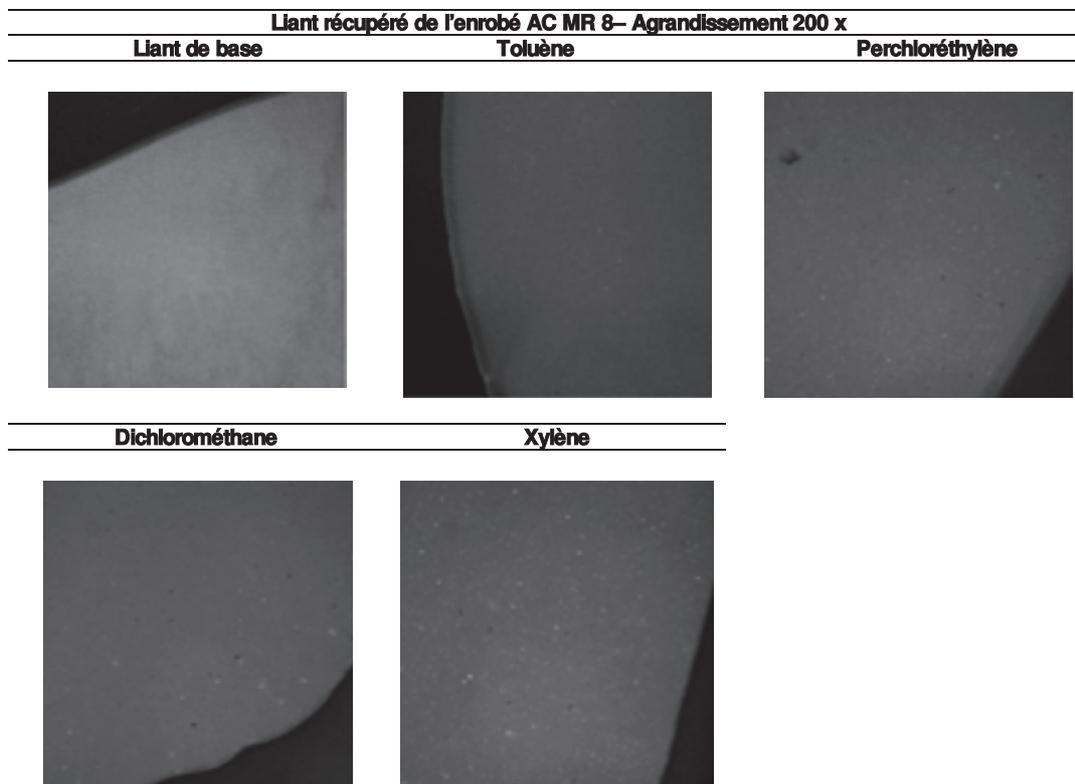


Fig. 3.20 Visualisation de la dispersion des polymères – Schéma de la chaîne d'acquisition de microscopie de fluorescence

### Résultats de l'étude

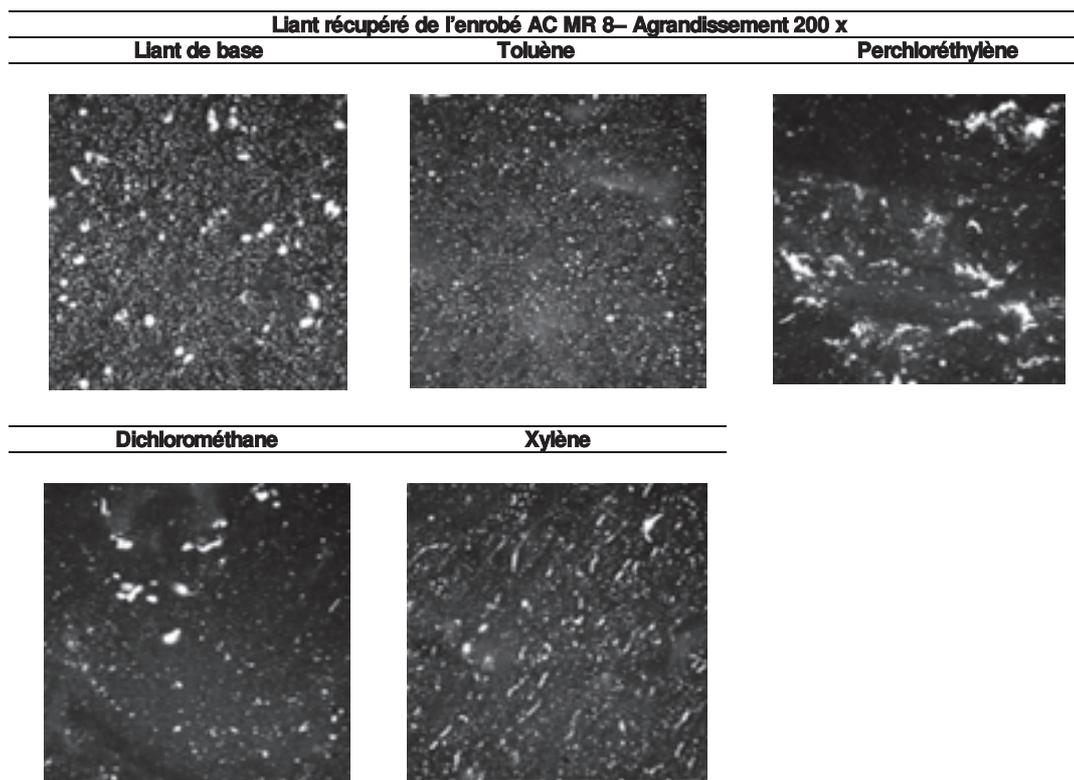
La visualisation de la dispersion des polymères est présentée dans les figures suivantes, ainsi qu'une identification de la micromorphologie selon §A3 de EN 13632.

#### Liant A



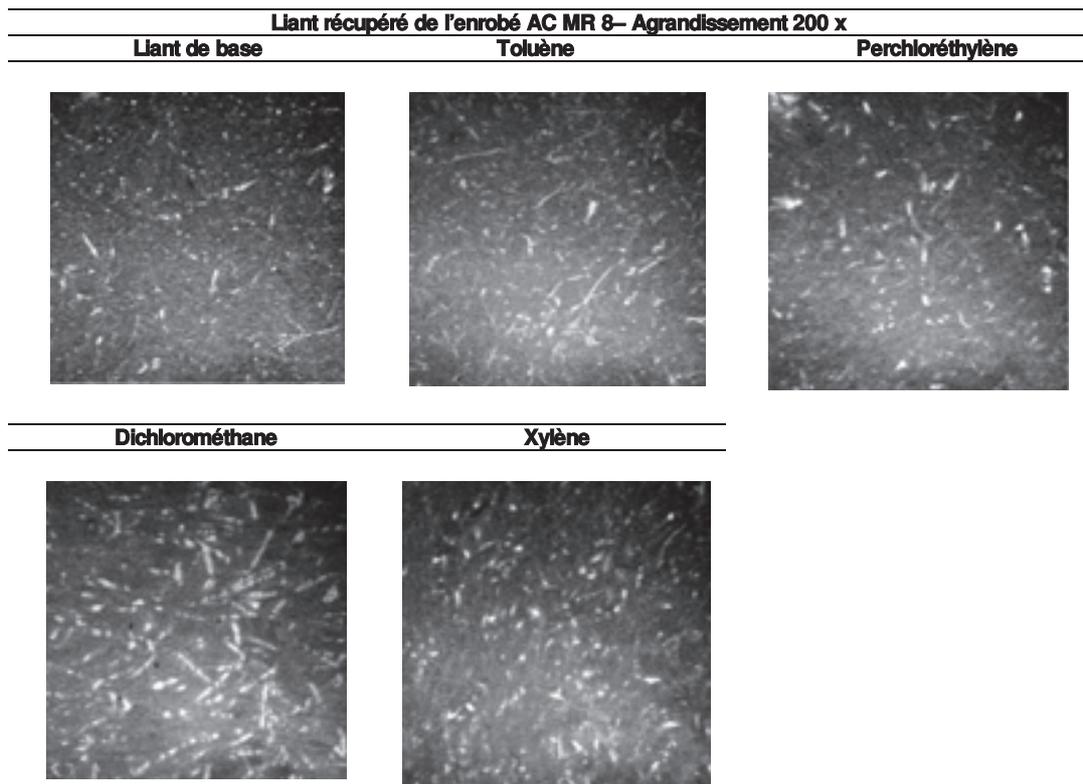
*Fig. 3.21 Visualisation de la dispersion des polymères – Référence et effet de la récupération – Liant A*

Dans le cas du liant A, pour l'ensemble des 5 essais, la micromorphologie observée est de type P-H soit une phase polymère continue, homogène. Les images sont typiques des PmB très stables, de type réticulé. Les images obtenues ne permettent pas de constater d'effet lié au type de solvant utilisé.

**Liant C**

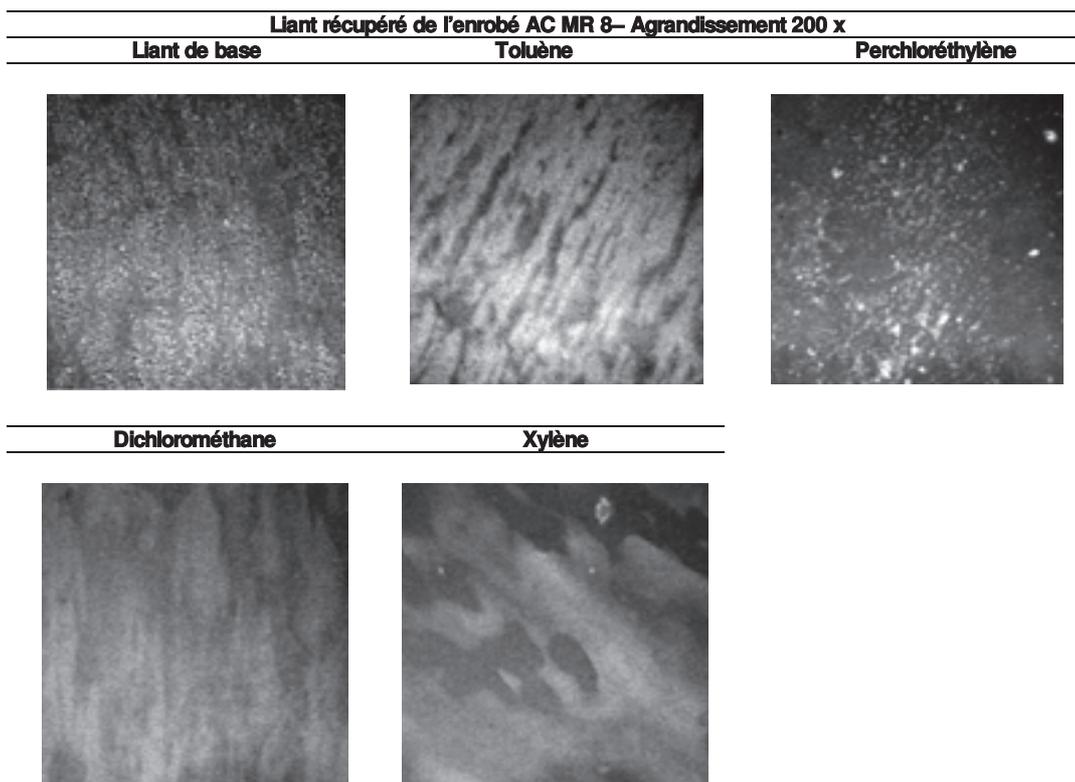
*Fig. 3.22 Visualisation de la dispersion des polymères – Référence et effet de la récupération – Liant C*

Dans le cas du liant C, pour l'ensemble des 5 essais, la micromorphologie est de type X-H-M-o soit deux phases continues, entremêlées, homogènes, de taille moyenne avec une forme de type autre (non ronde et non striée). Néanmoins sur deux images l'on constate un léger effet de restructuration générant une micromorphologie de taille plus grande dans le cas des deux solvants chlorés

**Liant F**

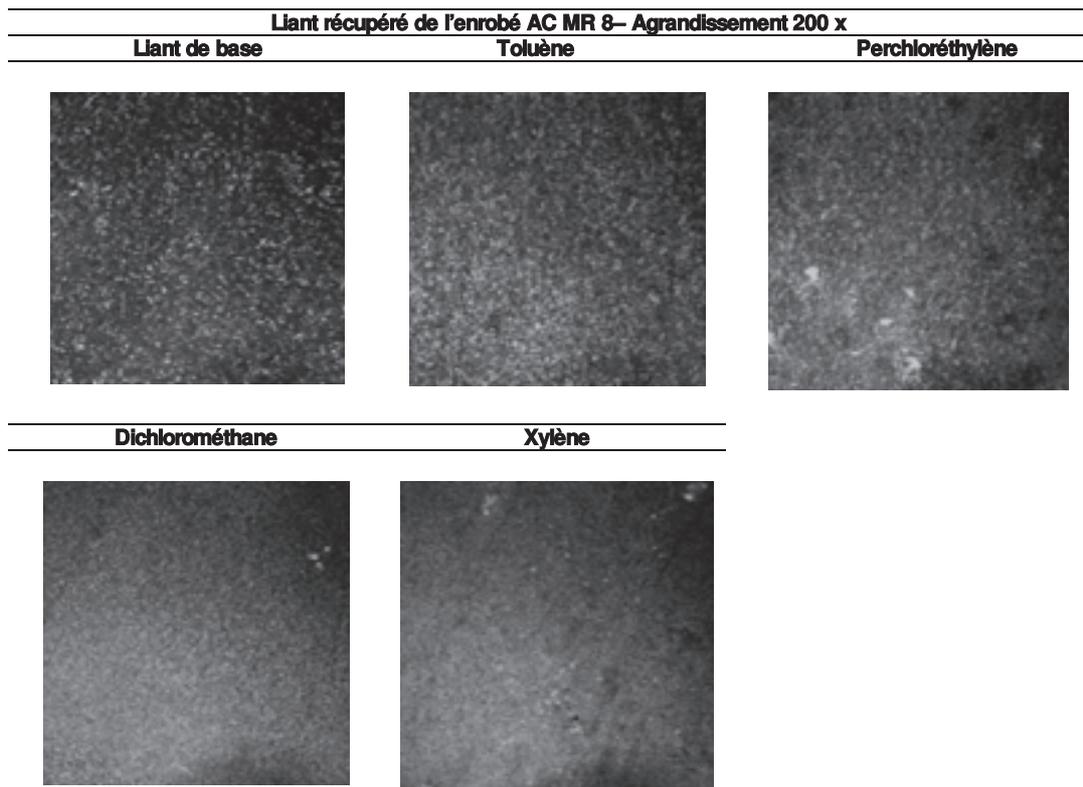
*Fig. 3.23 Visualisation de la dispersion des polymères – Référence et effet de la récupération – Liant F*

Dans le cas du liant F, pour l'ensemble des 5 essais, la micromorphologie est de type X-H-M-o soit deux phases continues, entremêlées, homogènes, de taille moyenne avec une forme de type autre (non ronde et non striée). Les images obtenues ne permettent pas de constater d'effet significatif lié au type de solvant utilisé.

**Liant I**

*Fig. 3.24 Visualisation de la dispersion des polymères – Référence et effet de la récupération – Liant I*

Dans le cas du liant I, pour le liant de base et le perchloréthylène, la micromorphologie est de type X-H-S-o soit deux phases continues, entremêlées, homogènes, de petite taille avec une forme de type autre (non ronde et non striée). Dans le cas du toluène, du dichlorométhane et du xylène, la micromorphologie est de type P-H-S-o soit une phase polymère continue, homogène, de petite taille avec une forme de type autre (non ronde et non striée). Les images obtenues montre un effet lié au type de solvant utilisé avec une modification de micromorphologie.

**Liant H**

*Fig. 3.25 Visualisation de la dispersion des polymères – Référence et effet de la récupération – liant H*

Dans le cas du liant H, pour l'ensemble des 5 essais, la micromorphologie est de type X-H-S-o soit deux phases continues, entremêlées, homogènes, de petite taille avec une forme de type autre (non ronde et non striée). Les images obtenues ne permettent pas de constater d'effet significatif lié au type de solvant utilisé.

L'étude réalisée montre que l'incidence des différents types de solvant, sur les 5 liants PmB sélectionnés ne semble pas très significative. Les modifications micromorphologiques n'apparaissent pas suffisamment importantes pour mettre en évidence un solvant non compatible avec ces liants. On remarque quand même une sensible modification de la micromorphologie du liant I après récupération. Cela signifie que la restructuration micromorphologique des polymères dans le bitume semble être moins problématique que ce que l'on craignait ou que la méthode d'identification au moyen de microscopie à fluorescence ne met pas suffisamment en évidence la structure micromorphologique des polymères, la fidélité de la répétabilité étant assez élevée dans le cas du point de ramollissement anneau et bille.

### 3.3.8 Effet du vieillissement naturel de l'enrobé conservé en vrac

Les enrobés AC MR 8 fabriqués au LAVOC puis conditionnés en échantillons de 2.5 kg dans des bidons fermés ont été conservés à température ambiante. La récupération des liants pour déterminer la teneur en solvant résiduel a été effectuée en phase 4. Une analyse de ces liants récupérés a été effectuée pour évaluer l'effet du vieillissement naturel du liant de l'enrobé conservé en vrac et testé après 12 mois pour permettre une évaluation et confirmation de la qualité de répétabilité. Une répétition de la procédure complète d'extraction, récupération puis essais a été effectuée sur les 5 produits sélectionnés. Seule la procédure utilisant du toluène a été testée.

Les essais suivants ont été sélectionnés pour cette étude:

- Pénétration à 25°C selon EN 1426
- Point de ramollissement anneau et bille selon EN 1427

### 3.3.9 Essai de pénétration à 25°C (EN 1426) – Fidélité répétabilité

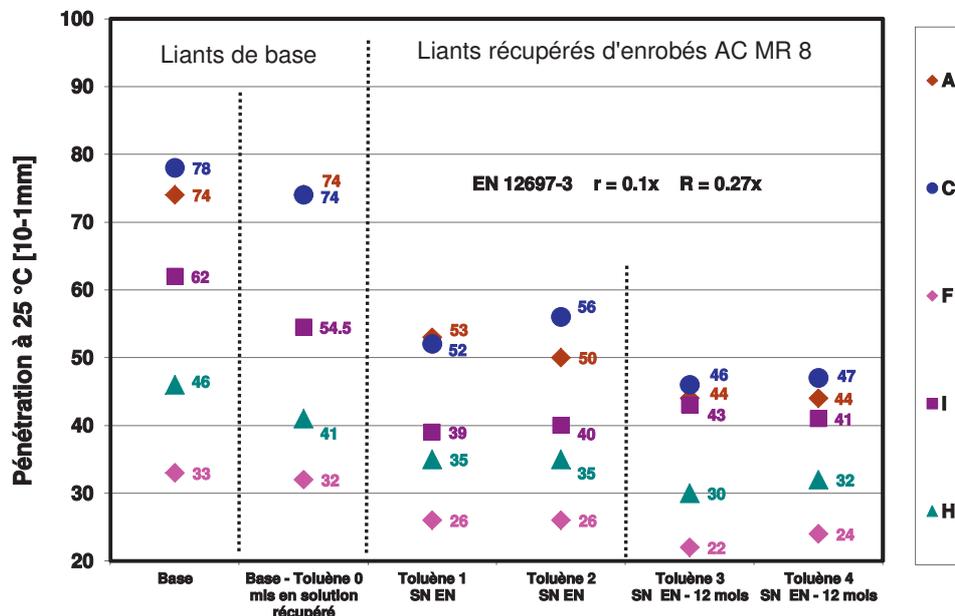


Fig. 3.26 Influence sur pénétration à 25°C après récupération sur AC MR 8 et vieilli 12 mois, répétabilité

Tab. 3.56 Influence sur pénétration à 25°C après récupération sur AC MR 8 vieilli 12 mois et répétabilité

Pénétration à 25°C	Base	Liant de l'enrobé mis en solution dans toluène et récupéré après 12 mois, méthode SN EN - Répétabilité			
		1 <sup>er</sup>	2 <sup>ème</sup>	diff	diff
Type de liant / essai	[10 <sup>-1</sup> mm]	[10 <sup>-1</sup> mm]	[10 <sup>-1</sup> mm]	[10 <sup>-1</sup> mm]	[%]
A	74	44	44	0	0.0
C	78	46	47	-1	-2.2
F	33	22	24	-2	-9.1
I	62	43	41	2	4.7
H	46	30	32	-2	-6.7
			Moyenne	-0.6	-2.7
			Minimum	-2.0	-9.1
			Maximum	2.0	4.7
			Ecart-type	1.5	-

Comme dans le cas de l'étude de répétabilité de l'essai de pénétration (voir § 3.4.3), tous les résultats obtenus satisfont aux exigences de fidélité avec une différence entre 2 résultats d'essai, inférieure à la valeur de  $0.1 \times$  (définie pour les bitumes traditionnels). Les écarts mesurés sont sensiblement plus faibles que ceux issus de l'étude précédente. On remarque une légère diminution de la pénétration liée au vieillissement naturel de l'enrobé conservé en vrac.

### 3.3.10 Essai de ramollissement A&B (EN 1427) – Fidélité répétabilité

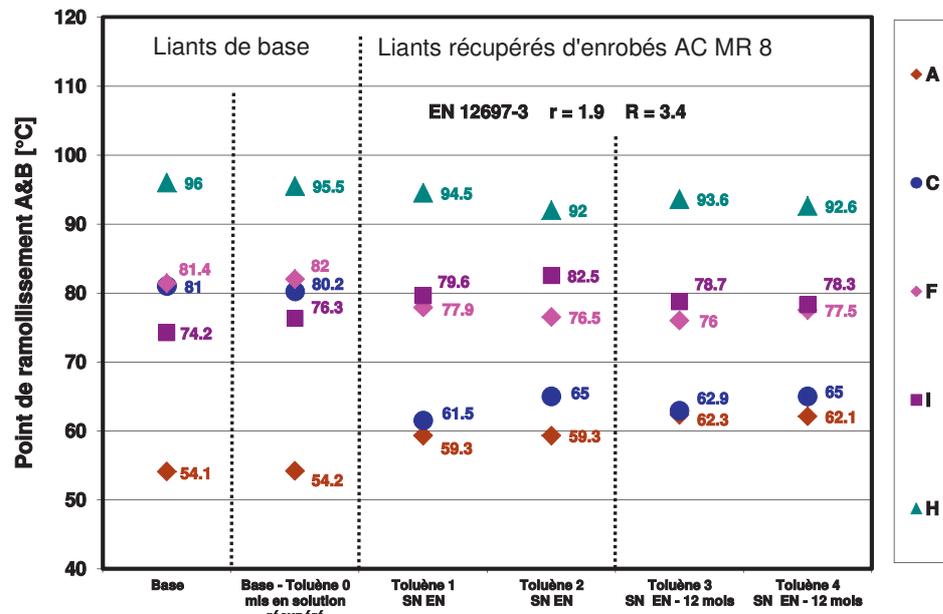


Fig. 3.27 Influence sur ramollissement A&B après récupération sur AC MR 8 vieilli 12 mois et répétabilité

Tab. 3.57 Influence sur ramollissement A&B après récupération sur AC MR 8 et vieilli 12 mois, répétabilité

Ramollissement A&B	Base	Liant de l'enrobé mis en solution dans toluène et récupéré après 12 mois, méthode SN EN - Répétabilité			
		1 <sup>er</sup>	2 <sup>ème</sup>	diff	diff
Type de liant / essai	[°C]	[°C]	[°C]	[°C]	[%]
A	54.1	62.3	62.1	0.2	0.3
C	81	62.9	65	-2.1	-3.3
F	81.4	76	77.5	-1.5	-2.0
I	74.2	78.7	78.3	0.4	0.5
H	96	93.6	92.6	1	1.1
			Moyenne	-0.4	-0.7
			Minimum	-2.1	-3.3
			Maximum	1.0	1.1
			Ecart-type	1.2	-

Dans le cas de la répétabilité de l'essai de détermination du point de ramollissement anneau et bille, 8 résultats sur 10 essais réalisés satisfont aux exigences de fidélité avec une différence entre 2 résultats d'essai, inférieure ou égale à la valeur de  $1.9^{\circ}\text{C}$  (définie pour les bitumes traditionnels).

On ne constate pas d'effet significatif lié au vieillissement du bitume. Pour 2 bitumes il est constaté une augmentation de la température A&B et pour les 3 autres, une légère diminution.

### 3.4 Phase 4 – Vérification de la teneur en solvant résiduel

#### 3.4.1 Principe de la chromatographie sur gel perméable

La chromatographie sur gel perméable constitue un type particulier de chromatographie liquide dans lequel l'échantillon à tester est séparé en fonction des volumes hydrodynamiques de chaque constituant, qui est une fonction de la taille et de la masse des molécules [m20-22]. La méthode est adaptée à la séparation de molécules de différentes tailles comme le bitume et les polymères dans le cas des bitumes modifiés. Le principe de la chromatographie sur gel perméable (GPC) parfois dénommée chromatographie d'exclusion stérique (SEC), est simple. Quelques milligrammes de bitume sont dilués dans un solvant approprié et appliqué sur une colonne spécifique pour le GPC, qui contient des particules minuscules, de quelques micromètres. La surface de ces particules est couverte de cavités de diamètres différents. Les molécules de petites dimensions sont capables de pénétrer dans tous les cavités puis de sortir après un certain temps. Les molécules peuvent pénétrer seulement si le diamètre de la cavité est suffisant. Le plus souvent une molécule va "explorer" une cavité plus grande et a besoin de parcourir tout la colonne. C'est pourquoi les grandes molécules arrivent en premier à l'extrémité de la colonne, suivies par les molécules de tailles moyennes et pour terminer les molécules de petites tailles, ce qui permet d'obtenir une séparation relative à la taille des molécules. Avec des détecteurs spéciaux il est possible de détecter la quantité des molécules qui sortent de la colonne, après un certain temps. Le chromatogramme GPC montre la concentration des molécules en fonction du temps et en fonction de la taille de molécules.

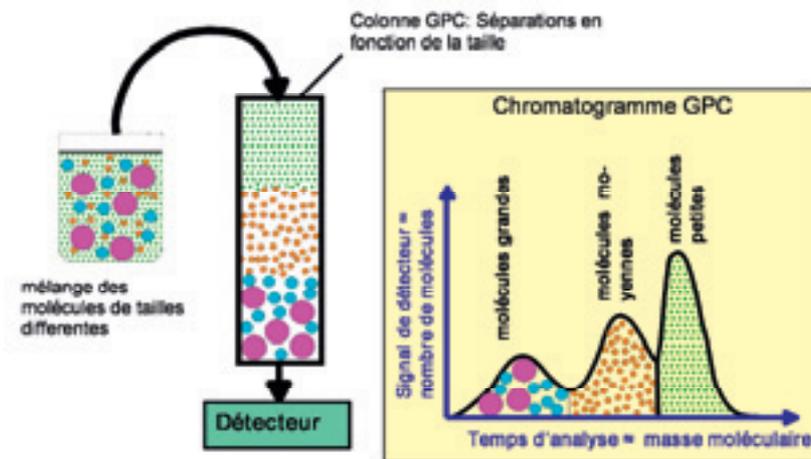


Fig. 3.28 Principe de la séparation par la chromatographie sur gel perméable

#### Solvants résiduels

Nösler et. al. ont démontré que les résidus de solvant affectent les résultats de la température anneau et bille ([8] I. Nösler, T. Tanghe, H. Soenen, 2008) Le solvant modifie, même à faibles concentrations, la rhéologie d'un liant bitumineux. Une concentration de 0.9 % [w/w] Trichloréthylène dans le bitume diminue la température anneau et bille du liant d'environ 6°C. Cela montre que le processus de récupération du liant de la solution bitumineuse doit être effectué avec soin. Pour cette raison le contenu de solvant résiduel a été vérifié pour les bitumes et solvants utilisés dans le cadre de cette recherche. Il existe plusieurs méthodes analytiques pour la détection des solvants, mais pas toutes appropriées à cette problématique. La détermination de chlore est très spécifique, car cette molécule n'est pas présente dans le bitume. Cette méthode fonctionne seulement avec les solvants comme le perchloréthylène et le dichlorométhane, qui contiennent du chlore, mais pas avec le toluène et le xylène. En outre la méthode nécessite beaucoup de travail, parce que le bitume doit être éliminé. La chromatographie sur gel perméable (GPC) présente une méthode alternative. Parce que les molécules des solvants sont de tailles inférieures à celles du bitume, il est possible de

les séparer dans une colonne GPC. Cette méthode fonctionne bien avec toutes les molécules qui absorbent la lumière à rayonnement ultraviolet. Il existe très peu de substances qui n'absorbent pas l'UV, dont le dichlorméthane. Néanmoins, cette méthode a été choisie dans le cadre cette recherche, car le dichlorométhane est très peu utilisé en Suisse. La limite de détection a été vérifiée avec une série de solutions bitumineuses diluées avec les trois solvants (voir exemple xylène - fig. 3.29). La détection a été faite au moyen d'un détecteur ultraviolet à la longueur d'onde de 215 nm. Pour tous les solvants la limite de détection, inférieure à 0.1%, est adaptée à cette problématique.

#### Paramètres d'analyse de chromatographie sur gel perméable

Appareils:	Pompe HPLC Merck 655A-12 Autosampler Spectra Physics SP 8875 Fourneau pour les colonnes SFD 12590 DAD: Diodenarray-Detektor Waters PDA 996 (Waters Corporation, USA)
Solvant GPC:	Tetrahydrofuran (THF) High Purity (ROMIL, GB), 1.0 ml/min
Colonne GPC:	Polymer Laboratories (GB), PL 5M-mixed C, 5 µm, 600 x 7.5 mm
Température:	30°C
Détecteur UV:	Longueur d'onde: 215nm; Sampling Rate 2/s; Résolution 1.2 nm
Volume d'injection:	50 µl
Software	Waters Empower Version 2
Nombre d'injections:	2 par échantillon
Solvants analysés :	Toluène, Xylène, Perchloréthylène (la détermination de dichlorométhane n'est pas possible avec cette méthode, parce que ce solvant n'est pas UV-active.
Limite de détection :	0.05% (m/m) du solvant dans le bitume

#### Préparations des échantillons

Une petite boîte en aluminium d'environ 35 cm<sup>3</sup> est remplie, environ à la moitié de sa contenance, de bitume récupéré, parallèlement à la préparation des échantillons pour les autres essais. La boîte est laissée ouverte jusqu'à la fin de l'essai de détermination du point de ramollissement anneau et bille. Cette procédure permet d'analyser les échantillons de bitume avec une histoire thermique et un temps de repos maîtrisé, semblable pour tous les échantillons. La boîte est alors couverte avec le couvercle en aluminium et obturée hermétiquement avec un scotch.

#### Détermination de la quantité de solvant dans le bitume récupéré

Un échantillon de liant d'environ 300 à 500 mg de bitume est prélevé, de la boîte aluminium, à l'aide d'un couteau, à froid, et transféré dans un erlenmeyer. L'échantillon est pesé avec une précision de 0.1 mg. Une quantité de solvant Tetrahydrofuran (THF) est ajouté afin d'obtenir une concentration de 20 mg/ml environ. Avec une seconde pesée la concentration exacte est calculée. L'erlenmeyer contenant la solution bitumineuse est fermé et secoué régulièrement. Après environ une heure, le bitume est dissous, l'échantillon est prêt pour l'analyse par GPC. Au moyen d'une seringue, 1 ml de la solution est introduite par le filtre en téflon dans le système de mesure. L'analyse en chromatographie sur gel perméable se déroule automatiquement.

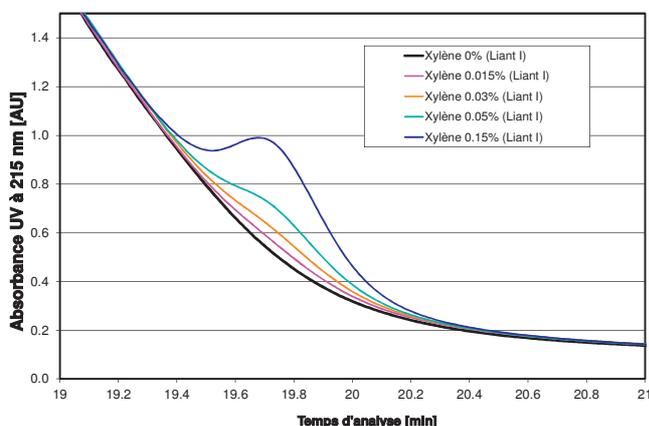


Fig. 3.29 Différentes teneurs en xylène dans une solution de bitume I

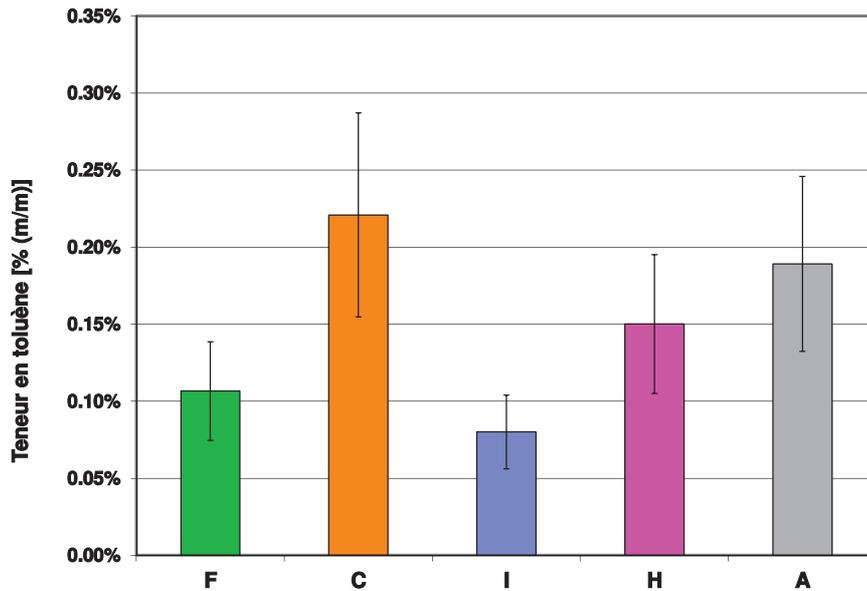


Fig. 3.30 Teneur en toluène dans les différents bitumes récupérés

Dans le cas du toluène, la teneur en solvant résiduel dans le bitume a été déterminée entre 0.08 et 0.22% (m/m). Pour les solvants dichlorométhane et xylène, il a été testé seulement deux bitumes.

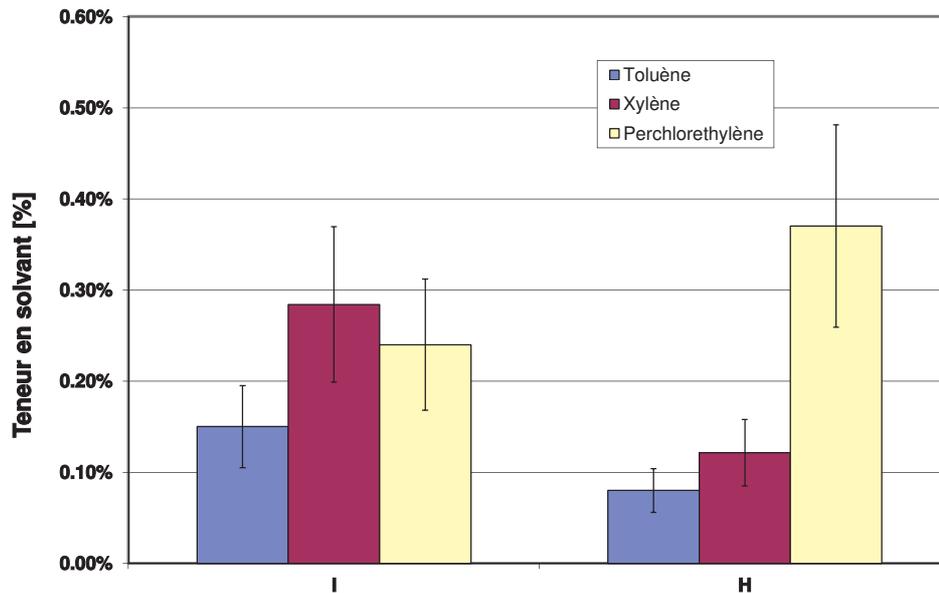


Fig. 3.31 Teneur en solvants résiduels dans les bitumes I et H

Il est démontré que la teneur en toluène résiduel est la plus faible des trois solvants testés, voir [fig.3.31]. La teneur en xylène et en perchloroéthylène résiduel peut être présente d'un facteur quatre fois plus grand. Une cause probable est un point d'ébullition plus élevé, pour le xylène, de 28°C [tab. 2.8] bien que la procédure de récupération soit adaptée en fonction de la température. Pour le perchloréthylène la différence est de seulement 10°C mais il est connu que les solvants chlorés ont une plus grande affinité au bitume et sont pour cette raison plus difficile à extraire. Certainement que dans le cas du toluène, la procédure de récupération est satisfaisante mais elle pourrait être améliorée dans le cas des 2 autres solvants.

## 4 Conclusions

On peut affirmer que les méthodes de récupération du liant à l'évaporateur rotatif, selon les normes EN 12697-3 et SN 670 403a-NA, avec les quatre solvants sélectionnés et en particulier le toluène, montrent qu'il est possible d'extraire et de récupérer les bitumes PmB. A l'exception de quelques combinaisons bitumes/solvants, notamment avec le dichlorométhane, aucun changement significatif des propriétés déterminées, des liants récupérés, a été constaté avec le toluène, le perchloréthylène ainsi que le xylène. La raison des difficultés ponctuelles rencontrées n'a pas été examinée en détail. A signaler que dans le cadre de ce projet, seuls des liants présents sur le marché suisse et largement utilisés, ont été testés. Le strict respect des conditions d'essais (température, vides et durée) permet de récupérer la quasi-totalité du solvant avec une contrainte thermique minimisée lors de la deuxième phase de récupération du bitume. Il est important de préciser que pour les solvants avec un point d'ébullition supérieur à 150°C, il est recommandé de contrôler les résidus possibles de solvant dans le bitume après extraction. L'application de la nouvelle norme EN 12697-3 de mai 2013 avec en particulier l'apport d'azote au lieu d'air, lors des phases de mise en pression et de retour à pression ambiante en fin d'essai, ne pourra qu'améliorer les résultats, en minimisant le taux d'oxydation du bitume récupéré.

### 4.1 Implications pour la pratique

L'utilisation de solvants chlorés et en particulier le trichloréthylène, est critique à cause des effets toxiques sur la santé et l'environnement. Depuis l'année 2013, l'utilisation du trichloréthylène est restreinte dans l'UE et ne peut être employé uniquement avec une autorisation spéciale. Pour cette raison, cette recherche est précieuse, car elle démontre que des solvants alternatifs peuvent être utilisés.

### 4.2 Effet sur la normalisation. Propositions pour l'adaptation des normes

Les normes EN 12697-3 et SN 670 403a-NA, actuellement en vigueur, pour la récupération de bitumes routiers de grades usuels, peuvent être aussi étendues à la récupération des liants PmB et en particulier ceux testés dans cette étude. De manière générale, il est recommandé d'évaluer les possibles effets dû à la récupération sur le liant de base mis en solution dans le solvant sélectionné, par comparaison avec le liant de base, au moyen d'essais rhéologiques traditionnels: pénétration, point de ramollissement anneau et bille, retour élastique, etc.

### 4.3 Propositions pour des recherches ultérieures

Parce que non seulement l'usage du trichloroéthylène, mais aussi de l'ensemble des solvants chlorés ou aromatiques est remise en question, des solvants non chlorés et non explosifs sont recherchés comme alternative. L'utilisation d'esters méthyliques d'acides gras (EMAG) est en phase d'évaluation et de validation. Les EMAG sont des liquides peu volatils, insolubles dans l'eau, de viscosité plus élevée que les solvants traditionnels, mais de tension superficielle et de pouvoir dissolvant comparables. Ils sont de plus en plus proposés et implantés pour le remplacement de divers solvants toxiques ou nuisibles à l'environnement. Mais pour la récupération complète du liant, le vide doit être considérablement abaissé, ce qui pose des exigences accrues pour l'appareillage.

La problématique d'une corrélation maîtrisée entre les liants récupérés, de fabrications d'enrobés en laboratoire, en centrale d'enrobage, d'échantillons prélevés in situ, de vieillissement RTFOT et PAV est toujours d'actualité et permettrait d'apporter des informations intéressantes sur l'évolution du taux de vieillissement du liant contenu dans les enrobés.

## Annexes

<b>I</b>	<b>Questionnaire enquête .....</b>	<b>77</b>
<b>I.1</b>	<b>Version française .....</b>	<b>77</b>
<b>I.2</b>	<b>Version allemande .....</b>	<b>80</b>

# I Questionnaire enquête

## I.1 Version française

FACULTE DE L'ENVIRONNEMENT NATUREL, ARCHITECTURAL ET CONSTRUIT  
INSTITUT DES INFRASTRUCTURES, DES RESSOURCES ET DE L'ENVIRONNEMENT  
**LABORATOIRE DES VOIES DE CIRCULATION - LAVOC**

EPFL ENAC ICARE LAVOC  
OC C1 397 (Bâiment OC)  
Station 18  
CH - 1015 LAUSANNE

Téléphone +41 21 893 23 45  
Télécopie +41 21 893 83 49  
<http://lavoc.epfl.ch/>



Adresse  
Fournisseurs de liants

Lausanne, le 18 juillet 2005

**Objet :** Mandat de recherche VSS 2002/403 sur demande de l'Association suisse des professionnels de la route et des transports (VSS) - Bindemittelrückgewinnung aus Polymermodifizierten bitumenhaltigen Bohrkernen (Récupération de liants modifiés aux polymères (Bmp) sur éprouvettes)

Cher Monsieur,

L'OFROU a confié conjointement au LAVOC<sup>1</sup> et à l'EMPA<sup>2</sup>, un mandat de recherche qui a pour but de développer une procédure adaptée à la récupération de liants modifiés aux polymères (Bmp) à partir d'échantillons d'enrobé (carottes ou enrobé prélevé après fabrication). Les méthodes actuellement utilisées dans les laboratoires sont adaptées à la récupération des liants traditionnels et ne conviennent pas toujours à la récupération des liants Bmp, la procédure de récupération entraîne généralement une modification souvent importante de la micromorphologie de la structure polymère et par conséquent une modification des propriétés rhéologiques.

Cette recherche sera basée sur une sélection des liants Bmp les plus couramment utilisés en Suisse. Nous avons donc besoin de votre collaboration pour réaliser un inventaire des liants Bmp représentatifs du marché suisse. Le résultat de cette recherche devrait aboutir à une proposition de procédure de récupération adaptée aux liants Bmp et sera utile à l'établissement d'une norme spécifique à la récupération des liants modifiés aux polymères.

Les informations nécessaires à la réalisation de l'étude sont les suivantes :

- Types de liants Bmp produits
- Types de polymères utilisés (y.c. teneur en polymères)
- Fiche technique des liants Bmp produits
- Pourcentage de liants Bmp produits
- Méthode spéciale d'extraction et/ou de récupération spécifique aux Bmp

Merci de bien vouloir compléter le questionnaire ci-joint et nous le transmettre dans les meilleurs délais. Toutes les informations transmises seront traitées confidentiellement et seront publiées de manières anonymes dans le rapport.

Nous vous remercions pour votre collaboration nécessaire à la réalisation de cette recherche et restons à votre disposition pour toute information que vous souhaiteriez obtenir. Dans l'attente de vos nouvelles, nous vous prions d'agréer, Cher Monsieur, l'expression de nos salutations les meilleures.

EMPA

LAVOC

Dr. M. Hugener

M. Pittet

<sup>1</sup> Laboratoire des voies de circulation - EPFL

<sup>2</sup> Laboratoire fédéral d'essai des matériaux et de recherche

Mandat de recherche VSS 2002/403 : récupération de liant Bmp sur éprouvettes

## QUESTIONNAIRE

Nom du fabricant du Bmp		
Nom de la société suisse commercialisant le Bmp		
Adresse		
Collaborateur responsable pour contact		
Téléphone & e-mail		

Nom du liant Bmp n° 1		
Type de liant de base		
Type de polymère		
	<input type="checkbox"/> Plastomère	<input type="checkbox"/> Elastomère
% de polymères		
% de liant Bmp produit		
% estimé du marché suisse		
Méthode spécifique d'extraction et de récupération du liant Bmp	<input type="checkbox"/> Oui	<input type="checkbox"/> non

Nom du liant Bmp n° 2		
Type de liant de base		
Type de polymère		
	<input type="checkbox"/> Plastomère	<input type="checkbox"/> Elastomère
% de polymères		
% de liant Bmp produit		
% estimé du marché suisse		
Méthode spécifique d'extraction et de récupération du liant Bmp	<input type="checkbox"/> Oui	<input type="checkbox"/> non

Mandat de recherche VSS 2002/403 : récupération de liant Bmp sur éprouvettes

<b>Nom du liant Bmp n° 3</b>		
Type de liant de base		
Type de polymère		
	<input type="checkbox"/> Plastomère	<input type="checkbox"/> Elastomère
% de polymères		
% de liant Bmp produit		
% estimé du marché suisse		
Méthode spécifique d'extraction et de récupération du liant Bmp	<input type="checkbox"/> Oui	<input type="checkbox"/> non

<b>Nom du liant Bmp n° 4</b>		
Type de liant de base		
Type de polymère		
	<input type="checkbox"/> Plastomère	<input type="checkbox"/> Elastomère
% de polymères		
% de liant Bmp produit		
% estimé du marché suisse		
Méthode spécifique d'extraction et de récupération du liant Bmp	<input type="checkbox"/> Oui	<input type="checkbox"/> non

**Remarques :**

Date et signature

## I.2 Version allemande

FACULTE DE L'ENVIRONNEMENT NATUREL, ARCHITECTURAL ET CONSTRUIT  
INSTITUT DES INFRASTRUCTURES, DES RESSOURCES ET DE L'ENVIRONNEMENT  
**LABORATOIRE DES VOIES DE CIRCULATION - LAVOC**

EPFL ENAC ICARE LAVOC  
OC C1 397 (Bâtiment OC)  
Station 18  
CH - 1015 LAUSANNE

Téléphone +41 21 893 23 45  
Télécopie +41 21 893 63 49  
<http://lavoc.epfl.ch/>



Adresse  
Bitumenlieferanten

Lausanne, le 18 juillet 2005

**betrifft:** Forschungsprojekt VSS 2002/403 - Bindemittelrückgewinnung aus Polymermodifizierten bitumenhaltigen Bohrkernen

Sehr geehrte Herren

Das ASTRA hat den oben genannte Forschungsprojekt an das LAVOC<sup>1</sup> und die EMPA<sup>2</sup> vergeben. Dieses hat zum Ziel, die Rückgewinnung von PmB aus Bohrkernen und Belagsausschnitten zu untersuchen. Die heute verwendete Methode für die Rückgewinnung ist im Prinzip nur für nicht modifizierte Bitumen vorgesehen. Es ist bekannt, dass polymermodifizierten Bitumen sich bei der Extraktion und Rückgewinnung verändern können, insbesondere bezüglich Struktur und die Rheologie. Dieses Forschungsprojekt soll zeigen, welchen Eigenschaften der Polymere davon betroffen sind und wie diese mit den Methoden (z. B. Lösungsmittel) für die Extraktion und Rückgewinnung zusammenhängen.

Die Untersuchung soll die häufigsten in der Schweiz verwendeten PmB-Produkte umfassen. Dafür benötigen wir Ihre Unterstützung, damit wir einen repräsentativen Überblick über den Schweizer Markt erhalten können. Deshalb bitten wir Sie uns eine Liste Ihrer PmB-Produkte mit den folgenden Informationen zur Verfügung zu stellen:

- Typ des PmB
- Art der verwendeten Polymere (falls möglich mit Polymergehalt)
- Technische Datenblätter Ihrer Produkte
- geschätzter Anteil am Schweizer Markt (für häufigste Produkte)
- spezielle Vorschriften für die Extraktion oder Rückgewinnung der PmB, sofern bekannt

Bitte füllen Sie dazu den beigelegten Fragebogen aus. Die Informationen werden selbstverständlich vertraulich behandelt und werden im Forschungsbericht in anonymer Form erscheinen. Wir bedanken uns schon jetzt für Ihre Mühe und würden uns freuen, wenn Sie den Fragebogen möglichst bald an das LAVOC senden würden. Bei Fragen stehen wir Ihnen gerne zur Verfügung.

Mit freundlichen Grüßen

EMPA

LAVOC

Dr. M. Hugener

M. Pittet

<sup>1</sup> Laboratoire des voies de circulation - EPFL

<sup>2</sup> Laboratoire fédéral d'essai des matériaux et de recherche

Mandat de recherche VSS 2002/403 : récupération de liant Bmp sur éprouvettes

## FRAGEBOGEN

<b>Firma</b>		
<b>Adresse</b>		
<b>Kontaktperson</b>		
<b>Telefon &amp; e-mail</b>		

<b>Name des PmB Nr. 1</b>		
Herstellungsort (Raffinerie)		
Typ des Basisbitumens		
Polymerart		
	<input type="checkbox"/> Plastomer	<input type="checkbox"/> Elastomer
Polymergehalt in %		
Anteil des Produkts auf dem Schweizer Markt		
Spezielle Methode für die Extraktion oder Aufbereitung des PmB	<input type="checkbox"/> Ja	<input type="checkbox"/> Nein

<b>Name des PmB Nr. 2</b>		
Herstellungsort (Raffinerie)		
Typ des Basisbitumens		
Polymerart		
	<input type="checkbox"/> Plastomer	<input type="checkbox"/> Elastomer
Polymergehalt in %		
Anteil des Produkts auf dem Schweizer Markt		
Spezielle Methode für die Extraktion oder Aufbereitung des PmB	<input type="checkbox"/> Ja	<input type="checkbox"/> Nein

## Mandat de recherche VSS 2002/403 : récupération de liant Bmp sur éprouvettes

<b>Name des PmB Nr. 3</b>		
Herstellungsort (Raffinerie)		
Typ des Basisbitumens		
Polymerart		
	<input type="checkbox"/> Plastomer	<input type="checkbox"/> Elastomer
Polymergehalt in %		
Anteil des Produkts auf dem Schweizer Markt		
Spezielle Methode für die Extraktion oder Aufbereitung des PmB	<input type="checkbox"/> Ja	<input type="checkbox"/> Nein

<b>Name des PmB Nr. 4</b>		
Herstellungsort (Raffinerie)		
Typ des Basisbitumens		
Polymerart		
	<input type="checkbox"/> Plastomer	<input type="checkbox"/> Elastomer
Polymergehalt in %		
Anteil des Produkts auf dem Schweizer Markt		
Spezielle Methode für die Extraktion oder Aufbereitung des PmB	<input type="checkbox"/> Ja	<input type="checkbox"/> Nein

**Bemerkungen :**

Datum und Unterschrift

## Glossaire

<b>Terme</b>	<b>Signification</b>
CEN	Comité Européen de Normalisation (CEN)
SN	Normes suisses (SN)

## Bibliographie

### Documentation

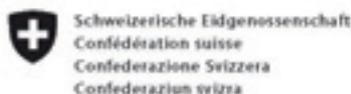
- [1] Pittet M, Angst Ch. (2002). Récupération du liant provenant d'extraction – Mise en application et adaptation de la nouvelle norme européenne vis-à-vis des expériences suisses. Mandat de recherche VSS 1999/122 n° 1044.
- [2] Pardon P, Pittet M, Dumont A-G. (1996). Etude de l'évolution de la microstructure des liants modifiés par microscopie optique d'épifluorescence UV. Eurobitume Strasbourg.
- [3] Fetz E, Grimm C. (1976). Rückgewinnung von Bindemittel aus bituminösen Belägen, 1. Teil - VSS n° FA 7/75.
- [4] Fetz E, Grimm C. (1987). Rückgewinnung von Bindemittel aus bituminösen Belägen zu Prüfzwecken, 2. Teil. VSS 7/77 n° 154.
- [5] Rohr Ch, Dumont A-G. (1991). Récupération du liant dans les mélanges bitumineux – Essai croisé. VSS n° FA 16/88 n° 206.
- [6] Pasquier M, Antoine J.P, Dumont A.G, Pittet M. (1997). "Quantification de la microstructure des bitumes modifiés par microscopie optique à épifluorescence". Mechanical Tests for bituminous materials.
- [7] H. Soenen et al. (2006). Influence of thermal history on rheological properties of various bitumen. Rheo Acta.
- [8] I. Nösler, T. Tanghe, H. Soenen. (2008). Evaluation of binder recovery methods and the influence on the properties of polymer modified bitumen. . E&E conference, Copenhagen.
- [9] EMPA. (1998). Methode SOP 3025 Polymeranalyse mittels GPC.
- [10] Brulé, B. (1980). Contribution of Gel Permeation Chromatography (GPC) to the characterization of asphalts. Liquid chromatography of Polymers and Related Materials III. Chromatographic Science Series.
- [11] P.W.Jennings. (1989). A perspective on asphalt chemistry research and the use of HP-GPC analysis. Fuel Science and Technology Int'.
- [12] EU 99. (1999). Directive 1999/13/CE du Conseil du 11 mars 1999 relative à la réduction des émissions de composés organiques volatils dues à l'utilisation de solvants organiques dans certaines activités et installations.
- [13] Easis.jrc.ec.europa.eu. (s.d.). European chemical Substances Information System.
- [14] Lock, E. A., Zhang, J., & Checkoway, H. (2013). Solvents and Parkinson disease: A systematic review of toxicological and epidemiological evidence. Toxicology and Applied Pharmacology. [trip].
- [15] Goldman, S. M., Quinlan, P. J., Ross, G. W., . (2012). Solvent exposures and Parkinson disease risk in twins. Annals of Neurology. [tri].
- [16] Verordnung (EU) Nr.348. (2013). Der Kommission vom 17. April 2013 zur Änderung von Anhang XIV der Verordnung (EG) Nr. 1907/2006 des Europäischen Parlaments und des Rates zur Registrierung, Bewertung, Zulassung und Beschränkung chemischer Stoffe (REAC). [tria].
- [17] Dow Europe GmbH. (2013). Trichlorethylen und Zulassung nach REACH (Nr. 1907/2006), Dow information letter 05/13. [dow].

### Normes

- [18] Norme SN 671 860. (1992). Liants bitumineux, prescriptions d'essai – Récupération du liant résiduel provenant d'extractions. VSS.
- [19] Norme prEN 12697-3. (1998). Mélanges bitumineux - Essais pour enrobés à chaud - Extraction des bitumes à l'évaporateur rotatif. CEN.
- [20] Norme EN 12697-3. (2000). Mélanges bitumineux - Essais pour enrobés à chaud - Extraction des bitumes à l'évaporateur rotatif. CEN.
- [21] Norme EN 12697-3. (2005). Mélanges bitumineux - Essais pour enrobés à chaud - Extraction des bitumes à l'évaporateur rotatif. CEN.
- [22] Norme SN 670403a-NA, . (2008). Liants bitumineux, prescriptions d'essai - Récupération des bitumes - Evaporateur rotatif - Annexe nationale. VSS.
- [23] Norme EN 1426. (2007). Bitumes et liants bitumineux - Détermination de la pénétrabilité à l'aiguille. CEN.
- [24] Norme EN 1427. (2007). Bitumes et liants bitumineux - Détermination du point de ramollissement - Méthode Bille et Anneau. CEN.

- 
- [25] Norme EN 13398. (2003). Bitumes et liants bitumineux - Détermination du retour élastique des bitumes modifiés. CEN.
- 
- [26] Norme EN 13399. (2003). Bitumes et liants bitumineux - Détermination de la stabilité au stockage des bitumes modifiés. CEN.
- 
- [27] Norme EN 14771. (2005). Bitumes et liants bitumineux - Détermination du module de rigidité en flexion - Rhéomètre à flexion du barreau (BBR). CEN.
- 
- [28] Norme EN 14770. (2005). Bitumes et liants bitumineux - Détermination du module complexe en cisaillement et de l'angle de phase - Rhéomètre à cisaillement dynamique (DSR), Norme européenne. CEN.
-

## Clôture du projet



Département fédéral de l'environnement, des transports,  
de l'énergie et de la communication DETEC  
Office fédéral des routes OFROU

### RECHERCHE DANS LE DOMAINE ROUTIER DU DETEC

#### Formulaire N° 3 : Clôture du projet

établi / modifié le : 31.10.2013

#### Données de base

Projet N° : VSS 2002-403

Titre du projet : Récupération de liants modifiés aux polymères issus d'échantillons d'enrobés

Echéance effective : Octobre 2013

#### Textes :

Résumé des résultats du projet :

Dans le programme de recherche, 11 liants PmB différents ainsi que 4 solvants ont été sélectionnés. Les liants PmB choisis sont représentatifs du marché suisse et couvrent le spectre des propriétés des liants PmB. Les 4 solvants sélectionnés, en fonction de leur usage et toxicité acceptable, figurent dans la liste suggérée par la norme EN. En première et deuxième phases, seule la récupération des liants mis en solution a été évaluée en appliquant la méthode standard. Les propriétés des liants PmB ont été comparées avant et après récupération du liant aux moyens des différents essais tels que: la pénétration, le point de ramollissement anneau et bille, le retour élastique, le module de rigidité au rhéomètre à cisaillement dynamique (DSR) ainsi que le module de rigidité en flexion, à basses températures (BBR). Les différences mesurées entre les liants PmB de base et récupérés sont remarquablement faibles. Dans la troisième phase, le processus d'extraction des liants PmB a été vérifié sur des enrobés de type AC MR 8, fabriqués en laboratoire. Une sélection de 5 au lieu de 11 liants PmB représentatifs a été testée dans la troisième phase, mais des propriétés supplémentaires ont été examinées et en particulier la teneur en solvant résiduel a été déterminée. Les résultats obtenus montrent que pour quelques combinaisons solvant/liant des problèmes ont été relevés, contrairement aux résultats obtenus dans le cas des liants PmB de base mis en solution et récupérés. En particulier avec le dichlorométhane, dans un cas, le PmB, n'a pas pu être extrait correctement. Les propriétés des liants récupérés avec différents solvants montrent une faible différence en ce qui concerne la pénétration et le retour élastique. Pour le point de ramollissement anneau et bille, la répétabilité entre deux mesures a été insuffisante. La détermination du solvant résiduel par chromatographie sur gel perméable (GPC) a indiqué des résidus de solvant inférieur à 0.2% en masse, dans le cas du toluène. Celles réalisées avec le perchloréthylène et le xylène ont montrés des résultats un peu plus élevés, mais toutes inférieures à 0.5% en masse. La teneur en dichlorométhane résiduel n'a pas pu être déterminée avec le détecteur UV, ce solvant n'est pas détectable dans ce domaine de mesure. En conséquence la diminution du point de ramollissement anneau et bille, causé par le solvant résiduel, devrait être inférieure à 3°C, respectivement 1°C pour le toluène. L'étude de la micromorphologie des polymères réalisée par microscopie à fluorescence (IRTF) a montré, à l'exception d'un liant, peu d'incidence sur la répartition et la restructuration des polymères dans le bitume. En conclusion, on peut affirmer que les méthodes appliquées ainsi que les solvants utilisés pour l'extraction et la récupération du liant, à l'exception du dichlorométhane, ne montrent aucun changement significatif des propriétés déterminées, des liants récupérés. Cependant, dans le cadre de ce projet, seuls les liants présents sur le marché suisse et largement utilisés, ont été testés. Il est intéressant de constater que même avec un solvant chloré (perchloréthylène) ou aromatique à point d'ébullition élevé (xylène) on obtient des résultats similaires à ceux obtenus avec le toluène. Cependant, il faut porter une attention particulière, à ce que le solvant soit éliminé aussi complètement que possible, mais d'autre part, la contrainte thermique doit être réduite au minimum en fin de récupération. Cela nécessite un bon vide dans le ballon d'évaporation rotatif en respectant strictement les procédures, principalement dans la deuxième phase de récupération.

Atteinte des objectifs :

Les objectifs visés sont atteints. On peut affirmer que les méthodes de récupération du liant à l'évaporateur rotatif, selon les normes EN 12697-3 et SN 670 403a-NA, avec les quatre solvants sélectionnés et en particulier le toluène, montrent qu'il est possible d'extraire et de récupérer les bitumes PmB sans modifications significatives des caractéristiques rhéologiques et micromorphologiques. L'évaluation de la méthode de récupération, à partir d'enrobé provenant de carottes prélevées in situ, n'a pas été effectuée. Il a été estimé que l'incidence du vieillissement in situ sur les résultats était négligeable par rapport aux mélanges fabriqués en laboratoire et qu'il était préférable de travailler à partir de produits fabriqués en laboratoire avec des conditions maîtrisées de répétabilité et de reproductibilité.

Déductions et recommandations :

L'utilisation de solvants chlorés et en particulier le trichloréthylène, est critique à cause des effets toxiques sur la santé et l'environnement. Depuis l'année 2013, l'utilisation du trichloréthylène est restreinte dans l'UE et ne peut être employé uniquement avec une autorisation spéciale. Cette recherche démontre que des solvants alternatifs peuvent être utilisés. Les normes EN 12697-3 et SN 670 403a-NA, actuellement en vigueur, pour la récupération de bitumes routiers de grades usuels, peuvent être aussi étendues à la récupération des liants PmB et en particulier ceux testés dans cette étude. De manière générale, il est recommandé d'évaluer les possibles effets dû à la récupération sur le liant de base mis en solution dans le solvant sélectionné, par comparaison avec le liant de base, au moyen d'essais rhéologiques traditionnels : pénétration, point de ramollissement anneau et bille, retour élastique, etc.

Publications :

Plannifiées

Chef/cheffe de projet :

Nom : Dumont

Prénom : André-Gilles

Service, entreprise, institut : EPFL - LAVOC

Signature du chef/de la cheffe de projet :





Schweizerische Eidgenossenschaft  
Confédération suisse  
Confederazione Svizzera  
Confederaziun svizra

Département fédéral de l'environnement, des transports,  
de l'énergie et de la communication DETEC  
Office fédéral des routes OFROU

## RECHERCHE DANS LE DOMAINE ROUTIER DU DETEC

### Formulaire N° 3 : Clôture du projet

#### Appréciation de la commission de suivi :

##### Evaluation :

Les objectifs visés sont atteints et des investigations plus larges que prévues ont été menées. L'évaluation de la méthode de récupération à partir d'enrobé provenant de carottes prélevées in situ n'a pas été effectuée. Il a été estimé, en accord avec la commission de suivi, que l'incidence du vieillissement in situ sur les résultats, était négligeable par rapport aux mélanges fabriqués en laboratoire.

##### Mise en œuvre :

La mise en œuvre des résultats de cette recherche se fera par la modification du chapitre A "Généralités" de la norme SN 670403a-NA "Liants bitumineux, prescriptions d'essai - Récupération des bitumes - Evaporateur rotatif - Annexe nationale".

##### Besoin supplémentaire en matière de recherche :

L'utilisation des solvants chlorés ou aromatiques est remise en question, des solvants non chlorés et non explosifs sont recherchés comme alternative. L'utilisation d'esters méthyliques d'acides gras (EMAG) est en phase d'évaluation et de validation. La problématique d'une corrélation maîtrisée entre les liants récupérés, de fabrications d'enrobés en laboratoire, en centrale d'enrobage, d'échantillons prélevés in situ, de vieillissement RTFOT et PAV est toujours d'actualité et permettrait d'apporter des informations intéressantes sur l'évolution du taux de vieillissement du liant contenu dans les enrobés.

##### Influence sur les normes :

Les normes EN 12697-3 et SN 670 403a-NA, actuellement en vigueur, pour la récupération de bitumes routiers de grades usuels, peuvent être aussi étendues à la récupération des liants PmB.

#### Président/Présidente de la commission de suivi :

Nom : Schellenberg

Prénom : Urs

Service, entreprise, institut : Baudirektion Kanton Zürich Tiefbauamt, Ingenieur-Stab, Oberbau und Geotechnik

#### Signature du président/ de la présidente de la commission de suivi :

## Index des rapports de recherches en matière de route

no. de rapport	no. de projet	titre	année
1422	ASTRA 2011/006_OBF	Fracture processes and in-situ fracture observations in Gipskeuper	2013
1421	VSS 2009/901	Experimenteller Nachweis des vorgeschlagenen Raum- und Topologiemodells für die VM-Anwendungen in der Schweiz (MDATrafo)	2013
1420	SVI 2008/003	Projektierungsfreiräume bei Strassen und Plätzen	2013
1419	VSS 2001/452	Stabilität der Polymere beim Heisseinbau von PmB-haltigen Strassenbelägen	2013
1416	FGU 2010/001	Sulfatwiderstand von Beton: verbessertes Verfahren basierend auf der Prüfung nach SIA 262/1, Anhang D	2013
1415	VSS 2010/A01	Wissenslücken im Infrastrukturmanagementprozess "Strasse" im Siedlungsgebiet	2013
1414	VSS 2010/201	Passive Sicherheit von Tragkonstruktionen der Strassenausstattung	2013
1413	SVI 2009/003	Güterverkehrsintensive Branchen und Güterverkehrsströme in der Schweiz Forschungspaket UVEK/ASTRA Strategien zum wesensgerechten Einsatz der Verkehrsmittel im Güterverkehr der Schweiz Teilprojekt B1	2013
1412	ASTRA 2010/020	Werkzeug zur aktuellen Gangliniennorm	2013
1411	VSS 2009/902	Verkehrstelematik für die Unterstützung des Verkehrsmanagements in ausserordentlichen Lagen	2013
1410	VSS 2010/202_OBF	Reduktion von Unfallfolgen bei Bränden in Strassentunneln durch Abschnittsbildung	2013
1409	ASTRA 2010/017_OBF	Regelung der Luftströmung in Strassentunneln im Brandfall	2013
1408	VSS 2000/434	Viellissement thermique des enrobés bitumineux en laboratoire	2012
1407	ASTRA 2006/014	Fusion des indicateurs de sécurité routière : FUSAIN	2012
1406	ASTRA 2004/015	Amélioration du modèle de comportement individuel du Conducteur pour évaluer la sécurité d'un flux de trafic par simulation	2012
1405	ASTRA 2010/009	Potential von Photovoltaik an Schallschutzmassnahmen entlang der Nationalstrassen	2012
1404	VSS 2009/707	Validierung der Kosten-Nutzen-Bewertung von Fahrbahn-Erhaltungsmassnahmen	2012
1403	SVI 2007/018	Vernetzung von HLS- und HVS-Steuerungen	2012
1402	VSS 2008/403	Witterungsbeständigkeit und Durchdrückverhalten von Geokunststoffen	2012
1401	SVI 2006/003	Akzeptanz von Verkehrsmanagementmassnahmen-Vorstudie	2012
1400	VSS 2009/601	Begrünte Stützgitterböschungssysteme	2012
1399	VSS 2011/901	Erhöhung der Verkehrssicherheit durch Incentivierung	2012
1398	ASTRA 2010/019	Environmental Footprint of Heavy Vehicles Phase III: Comparison of Footprint and Heavy Vehicle Fee (LSVA) Criteria	2012
1397	FGU 2008/003_OBF	Brandschutz im Tunnel: Schutzziele und Brandbemessung Phase 1: Stand der Technik	2012
1396	VSS 1999/128	Einfluss des Umhüllungsgrades der Mineralstoffe auf die mechanischen Eigenschaften von Mischgut	2012
1395	FGU 2009/003	KarstALEA: Wegleitung zur Prognose von karstspezifischen Gefahren im Untertagbau	2012
1394	VSS 2010/102	Grundlagen Betriebskonzepte	2012
1393	VSS 2010/702	Aktualisierung SN 640 907, Kostengrundlage im Erhaltungsmanagement	2012
1392	ASTRA 2008/008_009	FEHRL Institutes WIM Initiative (Fiwi)	2012
1391	ASTRA 2011/003	Leitbild ITS-CH Landverkehr 2025/30	2012
1390	FGU 2008/004_OBF	Einfluss der Grundwasserströmung auf das Quellverhalten des Gipskeupers im Belchentunnel	2012
1389	FGU 2003/002	Long Term Behaviour of the Swiss National Road Tunnels	2012
1388	SVI 2007/022	Möglichkeiten und Grenzen von elektronischen Busspuren	2012
1387	VSS 2010/205_OBF	Ablage der Prozessdaten bei Tunnel-Prozessleitsystemen	2012
1386	VSS 2006/204	Schallreflexionen an Kunstbauten im Strassenbereich	2012

no. de rapport	no. de projet	titre	année
1385	VSS 2004/703	Bases pour la révision des normes sur la mesure et l'évaluation de la planéité des chaussées	2012
1384	VSS 1999/249	Konzeptuelle Schnittstellen zwischen der Basisdatenbank und EMF-, EMK- und EMT-DB	2012
1383	FGU 2008/005	Einfluss der Grundwasserströmung auf das Quellverhalten des Gipskeupers im Chienbergtunnel	2012
1382	VSS 2001/504	Optimierung der statischen Eindringtiefe zur Beurteilung von harten Gussasphaltsorten	2012
1381	SVI 2004/055	Nutzen von Reisezeiteinsparungen im Personenverkehr	2012
1380	ASTRA 2007/009	Wirkungsweise und Potential von kombinierter Mobilität	2012
1379	VSS 2010/206_OBF	Harmonisierung der Abläufe und Benutzeroberflächen bei Tunnel-Prozessleitsystemen	2012
1378	SVI 2004/053	Mehr Sicherheit dank Kernfahrbahnen?	2012
1377	VSS 2009/302	Verkehrssicherheitsbeurteilung bestehender Verkehrsanlagen (Road Safety Inspection)	2012
1376	ASTRA 2011/008_004	Erfahrungen im Schweizer Betonbrückenbau	2012
1375	VSS 2008/304	Dynamische Signalisierungen auf Hauptverkehrsstrassen	2012
1374	FGU 2004/003	Entwicklung eines zerstörungsfreien Prüfverfahrens für Schweissnähte von KDB	2012
1373	VSS 2008/204	Vereinheitlichung der Tunnelbeleuchtung	2012
1372	SVI 2011/001	Verkehrssicherheitsgewinne aus Erkenntnissen aus Datapooling und strukturierten Datenanalysen	2012
1371	ASTRA 2008/017	Potenzial von Fahrgemeinschaften	2011
1370	VSS 2008/404	Dauerhaftigkeit von Betonfahrbahnen aus Betongranulat	2011
1369	VSS 2003/204	Rétention et traitement des eaux de chaussée	2012
1368	FGU 2008/002	Soll sich der Mensch dem Tunnel anpassen oder der Tunnel dem Menschen?	2011
1367	VSS 2005/801	Grundlagen betreffend Projektierung, Bau und Nachhaltigkeit von Anschlussgleisen	2011
1366	VSS 2005/702	Überprüfung des Bewertungshintergrundes zur Beurteilung der Strassengriffigkeit	2010
1365	SVI 2004/014	Neue Erkenntnisse zum Mobilitätsverhalten dank Data Mining?	2011
1364	SVI 2009/004	Regulierung des Güterverkehrs Auswirkungen auf die Transportwirtschaft Forschungspaket UVEK/ASTRA Strategien zum wesensgerechten Einsatz der Verkehrsmittel im Güterverkehr der Schweiz TP D	2012
1363	VSS 2007/905	Verkehrsprognosen mit Online -Daten	2011
1362	SVI 2004/012	Aktivitätenorientierte Analyse des Neuverkehrs	2012
1361	SVI 2004/043	Innovative Ansätze der Parkraumbewirtschaftung	2012
1360	VSS 2010/203	Akustische Führung im Strassentunnel	2012
1359	SVI 2004/003	Wissens- und Technologientransfer im Verkehrsbereich	2012
1358	SVI 2004/079	Verkehrsanbindung von Freizeitanlagen	2012
1357	SVI 2007/007	Unaufmerksamkeit und Ablenkung: Was macht der Mensch am Steuer?	2012
1356	SVI 2007/014	Kooperation an Bahnhöfen und Haltestellen	2011
1355	FGU 2007/002	Prüfung des Sulfatwiderstandes von Beton nach SIA 262/1, Anhang D: Anwendbarkeit und Relevanz für die Praxis	2011
1354	VSS 2003/203	Anordnung, Gestaltung und Ausführung von Treppen, Rampen und Treppenwegen	2011
1353	VSS 2000/368	Grundlagen für den Fussverkehr	2011
1352	VSS 2008/302	Fussgängerstreifen (Grundlagen)	2011
1351	ASTRA 2009/001	Development of a best practice methodology for risk assessment in road tunnels	2011
1350	VSS 2007/904	IT-Security im Bereich Verkehrstelematik	2011
1349	VSS 2003/205	In-Situ-Abflussversuche zur Untersuchung der Entwässerung von Autobahnen	2011
1348	VSS 2008/801	Sicherheit bei Parallelführung und Zusammentreffen von Strassen mit der Schiene	2011
1347	VSS 2000/455	Leistungsfähigkeit von Parkierungsanlagen	2010
1346	ASTRA 2007/004	Quantifizierung von Leckagen in Abluftkanälen bei Strassentunneln mit konzentrierter Rauchabsaugung	2010
1345	SVI 2004/039	Einsatzbereiche verschiedener Verkehrsmittel in Agglomerationen	2011
1344	VSS 2009/709	Initialprojekt für das Forschungspaket "Nutzensteigerung für die Anwender des SIS"	2011
1343	VSS 2009/903	Basistechnologien für die intermodale Nutzungserfassung im Personenverkehr	2011

no. de rapport	no. de projet	titre	année
1342	FGU 2005/003	Untersuchungen zur Frostkörperbildung und Frosthebung beim Gefrierverfahren	2010
1341	FGU 2007/005	Design aids for the planning of TBM drives in squeezing ground	2011
1340	SVI 2004/051	Aggressionen im Verkehr	2011
1339	SVI 2005/001	Widerstandsfunktionen für Innerorts-Strassenabschnitte ausserhalb des Einflussbereiches von Knoten	2010
1338	VSS 2006/902	Wirkungsmodelle für fahrzeugseitige Einrichtungen zur Steigerung der Verkehrssicherheit	2009
1337	ASTRA 2006/015	Development of urban network travel time estimation methodology	2011
1336	ASTRA 2007/006	SPIN-ALP: Scanning the Potential of Intermodal Transport on Alpine Corridors	2010
1335	VSS 2007/502	Stripping bei lärmindernden Deckschichten unter Überrollbeanspruchung im Labormassstab	2011
1334	ASTRA 2009/009	Was treibt uns an? Antriebe und Treibstoffe für die Mobilität von Morgen	2011
1333	SVI 2007/001	Standards für die Mobilitätsversorgung im peripheren Raum	2011
1332	VSS 2006/905	Standardisierte Verkehrsdaten für das verkehrsträgerübergreifende Verkehrsmanagement	2011
1331	VSS 2005/501	Rückrechnung im Strassenbau	2011
1330	FGU 2008/006	Energiegewinnung aus städtischen Tunneln: Systemevaluation	2010
1329	SVI 2004/073	Alternativen zu Fussgängerstreifen in Tempo-30-Zonen	2010
1328	VSS 2005/302	Grundlagen zur Quantifizierung der Auswirkungen von Sicherheitsdefiziten	2011
1327	VSS 2006/601	Vorhersage von Frost und Nebel für Strassen	2010
1326	VSS 2006/207	Erfolgskontrolle Fahrzeugrückhaltesysteme	2011
1325	SVI 2000/557	Indices caractéristiques d'une cité-vélo. Méthode d'évaluation des politiques cyclables en 8 indices pour les petites et moyennes communes.	2010
1324	VSS 2004/702	Eigenheiten und Konsequenzen für die Erhaltung der Strassenverkehrsanlagen im überbauten Gebiet	2009
1323	VSS 2008/205	Ereignisdetektion im Strassentunnel	2011
1322	SVI 2005/007	Zeitwerte im Personenverkehr: Wahrnehmungs- und Distanzabhängigkeit	2008
1321	VSS 2008/501	Validation de l'oedomètre CRS sur des échantillons intacts	2010
1320	VSS 2007/303	Funktionale Anforderungen an Verkehrserfassungssysteme im Zusammenhang mit Lichtsignalanlagen	2010
1319	VSS 2000/467	Auswirkungen von Verkehrsberuhigungsmassnahmen auf die Lärmimmissionen	2010
1318	FGU 2006/001	Langzeitquellversuche an anhydritführenden Gesteinen	2010
1317	VSS 2000/469	Geometrisches Normalprofil für alle Fahrzeugtypen	2010
1316	VSS 2001/701	Objektorientierte Modellierung von Strasseninformationen	2010
1315	VSS 2006/904	Abstimmung zwischen individueller Verkehrsinformation und Verkehrsmanagement	2010
1314	VSS 2005/203	Datenbank für Verkehrsaufkommensraten	2008
1313	VSS 2001/201	Kosten-/Nutzenbetrachtung von Strassenentwässerungssystemen, Ökobilanzierung	2010
1312	SVI 2004/006	Der Verkehr aus Sicht der Kinder: Schulwege von Primarschulkindern in der Schweiz	2010
1311	VSS 2000/543	VIABILITE DES PROJETS ET DES INSTALLATIONS ANNEXES	2010
1310	ASTRA 2007/002	Beeinflussung der Luftströmung in Strassentunneln im Brandfall	2010
1309	VSS 2008/303	Verkehrsregelungssysteme - Modernisierung von Lichtsignalanlagen	2010
1308	VSS 2008/201	Hindernisfreier Verkehrsraum - Anforderungen aus Sicht von Menschen mit Behinderung	2010
1307	ASTRA 2006/002	Entwicklung optimaler Mischgüter und Auswahl geeigneter Bindemittel; D-A-CH - Initialprojekt	2008
1306	ASTRA 2008/002	Strassenglätte-Prognosesystem (SGPS)	2010
1305	VSS 2000/457	Verkehrserzeugung durch Parkierungsanlagen	2009
1304	VSS 2004/716	Massnahmenplanung im Erhaltungsmanagement von Fahrbahnen	2008
1303	ASTRA 2009/010	Geschwindigkeiten in Steigungen und Gefällen; Überprüfung	2010
1302	VSS 1999/131	Zusammenhang zwischen Bindemittleigenschaften und Schadensbildern des Belages?	2010

no. de rapport	no. de projet	titre	année
1301	SVI 2007/006	Optimierung der Strassenverkehrsunfallstatistik durch Berücksichtigung von Daten aus dem Gesundheitswesen	2009
1300	VSS 2003/903	SATELROU Perspectives et applications des méthodes de navigation pour la télématique des transports routiers et pour le système d'information de la route	2010
1299	VSS 2008/502	Projet initial - Enrobés bitumineux à faibles impacts énergétiques et écologiques	2009
1298	ASTRA 2007/012	Griffigkeit auf winterlichen Fahrbahnen	2010
1297	VSS 2007/702	Einsatz von Asphaltbewehrungen (Asphalteinlagen) im Erhaltungsmanagement	2009
1296	ASTRA 2007/008	Swiss contribution to the Heavy-Duty Particle Measurement Programme (HD-PMP)	2010
1295	VSS 2005/305	Entwurfsgrundlagen für Lichtsignalanlagen und Leitfaden	2010
1294	VSS 2007/405	Wiederhol- und Vergleichspräzision der Druckfestigkeit von Gesteinskörnungen am Haufwerk	2010
1293	VSS 2005/402	Détermination de la présence et de l'efficacité de dope dans les bétons bitumineux	2010
1292	ASTRA 2006/004	Entwicklung eines Pflanzenöl-Blockheizkraftwerkes mit eigener Ölmühle	2010
1291	ASTRA 2009/005	Fahrmuster auf überlasteten Autobahnen Simultanes Berechnungsmodell für das Fahrverhalten auf Autobahnen als Grundlage für die Berechnung von Schadstoffemissionen und Fahrzeitgewinnen	2010
1290	VSS 1999/209	Conception et aménagement de passages inférieurs et supérieurs pour piétons et deux-roues légers	2008
1289	VSS 2005/505	Affinität von Gesteinskörnungen und Bitumen, nationale Umsetzung der EN	2010
1288	ASTRA 2006/020	Footprint II - Long Term Pavement Performance and Environmental Monitoring on A1	2010
1287	VSS 2008/301	Verkehrsqualität und Leistungsfähigkeit von komplexen ungesteuerten Knoten: Analytisches Schätzverfahren	2009
1286	VSS 2000/338	Verkehrsqualität und Leistungsfähigkeit auf Strassen ohne Richtungstrennung	2010
1285	VSS 2002/202	In-situ Messung der akustischen Leistungsfähigkeit von Schallschirmen	2009
1284	VSS 2004/203	Evacuation des eaux de chaussée par les bas-cotés	2010
1283	VSS 2000/339	Grundlagen für eine differenzierte Bemessung von Verkehrsanlagen	2008
1282	VSS 2004/715	Massnahmenplanung im Erhaltungsmanagement von Fahrbahnen: Zusatzkosten infolge Vor- und Aufschub von Erhaltungsmaßnahmen	2010
1281	SVI 2004/002	Systematische Wirkungsanalysen von kleinen und mittleren Verkehrsvorhaben	2009
1280	ASTRA 2004/016	Auswirkungen von fahrzeuginternen Informationssystemen auf das Fahrverhalten und die Verkehrssicherheit Verkehrspsychologischer Teilbericht	2010
1279	VSS 2005/301	Leistungsfähigkeit zweistreifiger Kreisel	2009
1278	ASTRA 2004/016	Auswirkungen von fahrzeuginternen Informationssystemen auf das Fahrverhalten und die Verkehrssicherheit - Verkehrstechnischer Teilbericht	2009
1277	SVI 2007/005	Multimodale Verkehrsqualitätsstufen für den Strassenverkehr - Vorstudie	2010
1276	VSS 2006/201	Überprüfung der schweizerischen Ganglinien	2008
1275	ASTRA 2006/016	Dynamic Urban Origin - Destination Matrix - Estimation Methodology	2009
1274	SVI 2004/088	Einsatz von Simulationswerkzeugen in der Güterverkehrs- und Transportplanung	2009
1273	ASTRA 2008/006	UNTERHALT 2000 - Massnahme M17, FORSCHUNG: Dauerhafte Materialien und Verfahren SYNTHESE - BERICHT zum Gesamtprojekt "Dauerhafte Beläge" mit den Einzelnen Forschungsprojekten: - ASTRA 200/419: Verhaltensbilanz der Beläge auf Nationalstrassen - ASTRA 2000/420: Dauerhafte Komponenten auf der Basis erfolgreicher Strecken - ASTRA 2000/421: Durabilité des enrobés - ASTRA 2000/422: Dauerhafte Beläge, Rundlaufversuch - ASTRA 2000/423: Griffigkeit der Beläge auf Autobahnen, Vergleich zwischen den Messergebnissen von SRM und SCRIM - ASTRA 2008/005: Vergleichsstrecken mit unterschiedlichen oberen Tragschichten auf einer Nationalstrasse	2008

no. de rapport	no. de projet	titre	année
1272	VSS 2007/304	Verkehrsregelungssysteme - behinderte und ältere Menschen an Lichtsignalanlagen	2010
1271	VSS 2004/201	Unterhalt von Lärmschirmen	2009
1270	VSS 2005/502	Interaktion Strasse Hangstabilität: Monitoring und Rückwärtsrechnung	2009
1269	VSS 2005/201	Evaluation von Fahrzeugrückhaltesystemen im Mittelstreifen von Autobahnen	2009
1268	ASTRA 2005/007	PM10-Emissionsfaktoren von Abriebspartikeln des Strassenverkehrs (APART)	2009
1267	VSS 2007/902	MDAinSVT Einsatz modellbasierter Datentransfernomen (INTERLIS) in der Strassenverkehrstelematik	2009
1266	VSS 2000/343	Unfall- und Unfallkostenraten im Strassenverkehr	2009
1265	VSS 2005/701	Zusammenhang zwischen dielektrischen Eigenschaften und Zustandsmerkmalen von bitumenhaltigen Fahrbahnbelägen (Pilotuntersuchung)	2009
1264	SVI 2004/004	Verkehrspolitische Entscheidungsfindung in der Verkehrsplanung	2009
1263	VSS 2001/503	Phénomène du dégel des sols gélifs dans les infrastructures des voies de communication et les pergélisols alpins	2006
1262	VSS 2003/503	Lärmverhalten von Deckschichten im Vergleich zu Gussasphalt mit strukturierter Oberfläche	2009
1261	ASTRA 2004/018	Pilotstudie zur Evaluation einer mobilen Grossversuchsanlage für beschleunigte Verkehrslastsimulation auf Strassenbelägen	2009
1260	FGU 2005/001	Testeinsatz der Methodik "Indirekte Vorauserkundung von wasserführenden Zonen mittels Temperaturdaten anhand der Messdaten des Lötschberg-Basistunnels	2009
1259	VSS 2004/710	Massnahmenplanung im Erhaltungsmanagement von Fahrbahnen - Synthesebericht	2008
1258	VSS 2005/802	Kaphaltestellen Anforderungen und Auswirkungen	2009
1257	SVI 2004/057	Wie Strassenraumbilder den Verkehr beeinflussen Der Durchfahrtswiderstand als Arbeitsinstrument bei der städtebaulichen Gestaltung von Strassenräumen	2009
1256	VSS 2006/903	Qualitätsanforderungen an die digitale Videobild-Bearbeitung zur Verkehrsüberwachung	2009
1255	VSS 2006/901	Neue Methoden zur Erkennung und Durchsetzung der zulässigen Höchstgeschwindigkeit	2009
1254	VSS 2006/502	Drains verticaux préfabriqués thermiques pour la consolidation in-situ des sols	2009
1253	VSS 2001/203	Rétention des polluants des eaux de chaussées selon le système "infiltrations sur les talus". Vérification in situ et optimisation	2009
1252	SVI 2003/001	Nettoverkehr von verkehrsintensiven Einrichtungen (VE)	2009
1251	ASTRA 2002/405	Incidence des granulats arrondis ou partiellement arrondis sur les propriétés d'adhérence des bétons bitumineux	2008
1250	VSS 2005/202	Strassenabwasser Filterschacht	2007
1249	FGU 2003/004	Einflussfaktoren auf den Brandwiderstand von Betonkonstruktionen	2009
1248	VSS 2000/433	Dynamische Eindringtiefe zur Beurteilung von Gussasphalt	2008
1247	VSS 2000/348	Anforderungen an die strassenseitige Ausrüstung bei der Umwidmung von Standstreifen	2009
1246	VSS 2004/713	Massnahmenplanung im Erhaltungsmanagement von Fahrbahnen: Bedeutung Oberflächenzustand und Tragfähigkeit sowie gegenseitige Beziehung für Gebrauchs- und Substanzwert	2009
1245	VSS 2004/701	Verfahren zur Bestimmung des Erhaltungsbedarfs in kommunalen Strassennetzen	2009
1244	VSS 2004/714	Massnahmenplanung im Erhaltungsmanagement von Fahrbahnen - Gesamtnutzen und Nutzen-Kosten-Verhältnis von standardisierten Erhaltungsmassnahmen	2008
1243	VSS 2000/463	Kosten des betrieblichen Unterhalts von Strassenanlagen	2008
1242	VSS 2005/451	Recycling von Ausbauasphalt in Heissmischgut	2007
1241	ASTRA 2001/052	Erhöhung der Aussagekraft des LCPC Spurbildungstests	2009
1240	ASTRA 2002/010	L'acceptabilité du péage de congestion : Résultats et analyse de l'enquête en Suisse	2009
1239	VSS 2000/450	Bemessungsgrundlagen für das Bewehren mit Geokunststoffen	2009

no. de rapport	no. de projet	titre	année
1238	VSS 2005/303	Verkehrssicherheit an Tagesbaustellen und bei Anschlüssen im Baustellenbereich von Hochleistungsstrassen	2008
1237	VSS 2007/903	Grundlagen für eCall in der Schweiz	2009
1236	ASTRA 2008/008_07	Analytische Gegenüberstellung der Strategie- und Tätigkeitsschwerpunkte ASTRA-AIPCR	2008
1235	VSS 2004/711	Forschungspaket Massnahmenplanung im EM von Fahrbahnen - Standardisierte Erhaltungsmassnahmen	2008
1234	VSS 2006/504	Expérimentation in situ du nouveau drainomètre européen	2008
1233	ASTRA 2000/420	Unterhalt 2000 Forschungsprojekt FP2 Dauerhafte Komponenten bitumenhaltiger Belagsschichten	2009
651	AGB 2006/006_OBF	Instandsetzung und Monitoring von AAR-geschädigten Stützmauern und Brücken	2013
650	AGB 2005/010	Korrosionsbeständigkeit von nichtrostenden Betonstählen	2012
649	AGB 2008/012	Anforderungen an den Karbonatisierungswiderstand von Betonen	2012
648	AGB 2005/023 + AGB 2006/003	Validierung der AAR-Prüfungen für Neubau und Instandsetzung	2011
647	AGB 2004/010	Quality Control and Monitoring of electrically isolated post-tensioning tendons in bridges	2011
646	AGB 2005/018	Interactin sol-structure : ponts à culées intégrales	2010
645	AGB 2005/021	Grundlagen für die Verwendung von Recyclingbeton aus Betongranulat	2010
644	AGB 2005/004	Hochleistungsfähiger Faserfeinkornbeton zur Effizienzsteigerung bei der Erhaltung von Kunstbauten aus Stahlbeton	2010
643	AGB 2005/014	Akustische Überwachung einer stark geschädigten Spannbetonbrücke und Zustandserfassung beim Abbruch	2010
642	AGB 2002/006	Verbund von Spanngliedern	2009
641	AGB 2007/007	Empfehlungen zur Qualitätskontrolle von Beton mit Luftpermeabilitätsmessungen	2009
640	AGB 2003/011	Nouvelle méthode de vérification des ponts mixtes à âme pleine	2010
639	AGB 2008/003	RiskNow-Falling Rocks Excel-basiertes Werkzeug zur Risikoermittlung bei Steinschlagschutzgalerien	2010
638	AGB2003/003	Ursachen der Rissbildung in Stahlbetonbauwerken aus Hochleistungsbeton und neue Wege zu deren Vermeidung	2008
637	AGB 2005/009	Détermination de la présence de chlorures à l'aide du Géoradar	2009
636	AGB 2002/028	Dimensionnement et vérification des dalles de roulement de ponts routiers	2009
635	AGB 2004/002	Applicabilité de l'enrobé drainant sur les ouvrages d'art du réseau des routes nationales	2008
634	AGB 2002/007	Untersuchungen zur Potenzialfeldmessung an Stahlbetonbauten	2008
633	AGB 2002/014	Oberflächenschutzsysteme für Betontragwerke	2008
632	AGB 2008/201	Sicherheit des Verkehrssystem Strasse und dessen Kunstbauten Testregion - Methoden zur Risikobeurteilung Schlussbericht	2010
631	AGB 2000/555	Applications structurales du Béton Fibré à Ultra-hautes Performances aux ponts	2008
630	AGB 2002/016	Korrosionsinhibitoren für die Instandsetzung chloridverseuchter Stahlbetonbauten	2010
629	AGB 2003/001 + AGB 2005/019	Integrale Brücken - Sachstandsbericht	2008
628	AGB 2005/026	Massnahmen gegen chlorid-induzierte Korrosion und zur Erhöhung der Dauerhaftigkeit	2008
627	AGB 2002/002	Eigenschaften von normalbreiten und überbreiten Fahrbahnübergängen aus Polymerbitumen nach starker Verkehrsbelastung	2008
626	AGB 2005/110	Sicherheit des Verkehrssystems Strasse und dessen Kunstbauten: Baustellensicherheit bei Kunstbauten	2009
625	AGB 2005/109	Sicherheit des Verkehrssystems Strasse und dessen Kunstbauten: Effektivität und Effizienz von Massnahmen bei Kunstbauten	2009
624	AGB 2005/108	Sicherheit des Verkehrssystems / Strasse und dessen Kunstbauten / Risikobeurteilung für Kunstbauten	2010

no. de rapport	no. de projet	titre	année
623	AGB 2005/107	Sicherheit des Verkehrssystems Strasse und dessen Kunstbauten: Tragsicherheit der bestehenden Kunstbauten	2009
622	AGB 2005/106	Rechtliche Aspekte eines risiko- und effizienzbasierten Sicherheitskonzepts	2009
621	AGB 2005/105	Sicherheit des Verkehrssystems Strasse und dessen Kunstbauten Szenarien der Gefahrenentwicklung	2009
620	AGB 2005/104	Sicherheit des Verkehrssystems Strasse und dessen Kunstbauten: Effektivität und Effizienz von Massnahmen	2009
619	AGB 2005/103	Sicherheit des Verkehrssystems / Strasse und dessen Kunstbauten / Ermittlung des Netzrisikos	2010
618	AGB 2005/102	Sicherheit des Verkehrssystems Strasse und dessen Kunstbauten: Methodik zur vergleichenden Risikobeurteilung	2009
617	AGB 2005/100	Sicherheit des Verkehrssystems Strasse und dessen Kunstbauten Synthesebericht	2010
616	AGB 2002/020	Beurteilung von Risiken und Kriterien zur Festlegung akzeptierter Risiken in Folge aussergewöhnlicher Einwirkungen bei Kunstbauten	2009