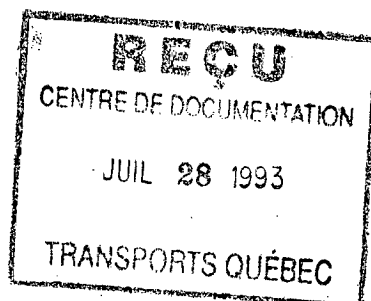


MÉTHODE LC-MB-01
RÉCUPÉRATION DU BITUME EN
SOLUTION PAR ÉVAPORATION
ROTATIVE
(AVANT-PROJET DE NORME)

CANQ
TR
GE
RC
124

298159



MÉTHODE LC-MB-01
RÉCUPÉRATION DU BITUME EN SOLUTION
PAR ÉVAPORATION ROTATIVE
(AVANT-PROJET DE NORME)

Ministère des Transports
Centre de documentation
930, Chemin Ste-Foy
6e étage
Québec (Québec)
G1S 4X9

CANQ
TR
GE
RC
124

TABLE DES MATIERES

	PAGE
1.0 INTRODUCTION ET OBJET.....	3
2.0 DOMAINE D'APPLICATION.....	3
3.0 RÉFÉRENCES.....	3
4.0 PRINCIPE.....	3
5.0 APPAREILLAGE.....	3
5.1 Récipients.....	3
5.2 Agitateur mécanique.....	3
5.3 Centrifugeuse.....	4
5.4 Evaporateur rotatif.....	4
5.5 Azote	4
5.6 Manomètres.....	4
5.7 Piège.....	4
5.8 Pompe à vide.....	5
6.0 PROCÉDURE DE RÉCUPÉRATION.....	5
6.1 Extraction du mélange à froid.....	5
6.2 Récupération du bitume.....	6
6.2.1 Réduction du volume de l'échantillon.....	6
6.2.2 Récupération du bitume.....	6
7.0 FIDÉLITÉ.....	7

298159



Gouvernement du Québec
Ministère
des Transports

Laboratoire central

MÉTHODE LC-MB-01
RÉCUPÉRATION DU BITUME EN SOLUTION
PAR ÉVAPORATION ROTATIVE
(AVANT-PROJET DE NORME)

Jean-Claude Moreux, chim.
Responsable - Section Mélanges Bitumineux

Dou

RÉCUPÉRATION DU BITUME EN SOLUTION PAR ÉVAPORATION ROTATIVE

1.0 INTRODUCTION ET OBJET

La méthode qui est décrite a pour but la récupération de bitume en solution par distillation du solvant à l'aide d'un évaporateur rotatif de façon à ce que les propriétés du bitume ne soient pas affectées par le procédé.

2.0 DOMAINE D'APPLICATION

La méthode présente s'applique à la récupération de bitume provenant d'échantillons de chaussées ou bien à des enrobés fabriqués en laboratoire.

NOTE 1: Cette méthode implique l'utilisation de produits dangereux dont l'utilisateur aura à tenir compte lors de la mise en oeuvre de ce procédé. (CF Appendice A).

3.0 RÉFÉRENCES

Bureau de normalisation du Québec: NQ 2300-100

American Society for Testing Materials (ASTM):

- ASTM standard D 1856-78
- ASTM standard D 4126-84

4.0 PRINCIPE

La solution de bitume obtenue par extraction est débarassée des particules de filler qu'elle contient par centrifugation. Cette solution est ensuite distillée à l'aide d'un évaporateur rotatif, en atmosphère d'azote, sous pression réduite.

5.0 APPAREILLAGE

5.1 Récipients

Les récipients qui servent à l'extraction du bitume sont des erlenmeyers à parois épaisses ayant une valeur nominale de 2000 cm³.

5.2 Agitateur mécanique

Le système d'agitation mécanique doit fournir environ 180 oscillations horizontales par minute. L'agitation doit se faire dans ces conditions avec des masses pouvant atteindre 2.5 à 4 kg par échantillon.

5.3 Centrifugeuse

Afin de débarasser les solutions de bitume du filler entraîné par l'extraction, celles-ci sont centrifugées à une vitesse correspondant à une accélération de 1000 g au fond du flacon de centrifugation. Une centrifugeuse "UV International" pouvant atteindre 6000 rpm, équipée d'un compte-tour et d'une minuterie automatique convient bien à cette opération. Les flacons de centrifugation doivent avoir une capacité de 250 à 300 ml.

5.4 Evaporateur rotatif

L'appareil comprend un ballon de distillation d'une capacité de 2000 cm³ et un ballon de réception fixé sur le condensateur. Le condensateur est fixé obliquement et fait un angle de 25 à 30° par rapport à l'horizontale. Il est équipé d'un moteur à vitesse variable permettant d'atteindre 50 rpm. Quand le ballon de distillation est plongé dans le bain d'huile, il doit être immergé de 40 mm quand il est placé dans sa position la plus basse.

NOTE 1: On recommande un appareil offrant les mêmes caractéristiques qu'un Büchi Rotavapor R 110 ou R 120.

5.5 Azote

La récupération du bitume est faite sous atmosphère d'azote, afin de minimiser l'oxydation du liant. On utilise une bouteille de gaz comprimé sec muni d'un détendeur permettant d'obtenir un débit stable.

5.6 Manomètres

561 Manomètre métallique (type Bourdon): Ce manomètre sert à suivre l'établissement du vide dans le système expérimental et à régler à 200 mm Hg la première étape de la distillation.

562 Manomètre à mercure (type Bennet): Ce manomètre sert à la lecture des pressions inférieures à 200 mm Hg au moment de l'étape de récupération proprement dites.

5.7 Piège

Un piège est placé avant la source de vide afin de condenser les vapeurs de trichloroéthylène (TCE). Ce piège est constitué d'un flacon à tubulure latérale placé dans un contenant isotherme. Le flacon est immergé dans un mélange acétone-carboglace.

NOTE 2: Un contenant isotherme (en polystyrène expansé, par exemple) enferme le ballon de réception et est rempli de glace. La présence de ce contenant a pour effet de minimiser l'évaporation du solvant distillé.

5.8 Pompe à vide

La source de vide est une pompe à palettes permettant d'atteindre une pression résiduelle de 1 mm Hg à sa sortie, et de maintenir une pression résiduelle inférieure à 10 mm Hg dans le montage expérimental en absence d'azote.

6.0 PROCÉDURE DE RÉCUPÉRATION

Le bitume peut être extrait suivant la norme NQ 2300-100; cependant, le bitume récupéré à la suite de ce mode d'extraction montre des signes d'oxydation. C'est la raison pour laquelle une méthode d'extraction à froid, plus appropriée, est décrite ici.

6.1 Extraction du mélange à froid

6.1.1 Le mélange à extraire est placé dans un erlenmeyer et immergé dans le TCE à raison de 1 kg pour 1000 cm³ de solvant (TCE).

6.1.2 Le récipient, hermétiquement fermé, est placé sur l'agitateur et est agité durant 30 minutes, période suffisante pour solubiliser plus de 90% du bitume de l'enrobé.

6.1.3 Pour effectuer une récupération dans de bonnes conditions, il faut au moins 75 à 80 g de bitume présent en solution. Si l'échantillon initial ne contient pas cette quantité (cas général), on enrichit la solution de bitume en la transférant par décantation dans un second erlenmeyer contenant déjà un échantillon de 1 kg du même mélange. On répète l'opération décrite en 6.1.2.

NOTE 4: L'opérateur peut évaluer le nombre de passages qu'il doit effectuer pour enrichir la solution à récupérer en estimant approximativement la teneur en bitume du mélange qu'il utilise.

6.1.4 La solution de bitume est centrifugée pendant 10 minutes à la vitesse donnant une accélération de 1000 g au fond du flacon de centrifugation (2000 rpm sur l'UV International). Le surnageant des flacons de centrifugation est ensuite décanté directement dans le ballon de distillation en réservant une hauteur de 20 mm de solution au-dessus du culot de centrifugation.

NOTE 5: Il faut laisser au compteur le temps d'indiquer la vitesse désirée avant de faire le décompte du temps de centrifugation.

6.2 Récupération du bitume

6.2.1 Réduction du volume de l'échantillon.

6.2.1.1 Le système est laissé ouvert avant le branchement sur la pompe à vide. On fixe le ballon de distillation sur l'évaporateur et on purge tout le montage avec un fort courant d'azote pendant une minute.

6.2.1.2 Pendant ce temps, le ballon de distillation est mis en rotation à 35 rpm et plongé dans le bain d'huile préalablement chauffé à 50-55°C. Le système est alors branché sur la pompe à vide et le courant d'azote est réduit.

6.2.1.3 La pression dans le montage est abaissée progressivement jusqu'à 200 mm Hg (26 KPa).

NOTE 6: On règle la pression et la vitesse d'ébullition de la solution en contrôlant le débit d'azote manuellement, à l'aide d'un robinet intercalé entre la bouteille de gaz et l'évaporateur.

6.2.1.4 On poursuit la distillation dans les conditions précédentes, jusqu'à obtenir un volume de 200 à 250 cm³ concentrés à partir de la solution originale.

6.2.2 Récupération du bitume

6.2.2.1 La température du bain d'huile est rapidement augmentée jusqu'à 140°C. On ajuste la vitesse de rotation du ballon de façon à obtenir le plus grand étalement de la solution sur les parois du récipient.

6.2.2.2 Le courant gazeux d'azote est totalement interrompu, et la pression sur le manomètre à mercure doit s'abaisser à une pression résiduelle de 10 mm Hg ou moins. Il doit atteindre cette valeur après le passage de la dernière goutte de distillat dans le ballon de réception.

6.2.2.3 On maintient ainsi le ballon en rotation dans le bain d'huile durant 15 minutes.

6.2.2.4 On rétablit progressivement le courant gazeux d'azote et on purge tout le montage expérimental pendant 2 à 3 minutes.

6.2.2.5 Le ballon de distillation est sorti du bain d'huile et la pression normale est rétablie dans le système. On verse le bitume récupéré dans les récipients appropriés.

6.2.2.6 Après refroidissement à la température ambiante le bitume peut alors être soumis aux essais qui sont requis.

NOTE 5: On a avantage à transverser le bitume récupéré dans des récipients chauds et à homogéniser le liant à l'aide d'un agitateur de verre.

7.0 FIDÉLITÉ

Les critères d'acceptabilité des résultats obtenus par la présente méthode sont donnés dans le tableau suivant:

1		2	3
Conditions de l'essai		Ecart-type (1S)	Intervalle d'acceptation de 2 résultats (D2S)
Répétabilité (1 seul opérateur)	Pénétration conservée		
	bitume 85-100	1,9%	5,4%
	bitume 150-200	2,6%	7,4%
	Pénétration (10 ⁻¹ mm)		
	bitume 85-100	2,1	6
	bitume 150-200	2,5	7

7.1 Les termes de répétabilité et de reproductibilité ont le sens donné dans le fascicule de documentation BNQ 5000-400. La reproductibilité de cette méthode n'est pas disponible.

7.2 Les valeurs de ce tableau représentent d'une part, l'écart permis en pourcentage de pénétration conservée, entre deux échantillons récupérés séparément à partir d'un seul matériel d'origine et, d'autre part, l'écart permis en unités de pénétration entre deux échantillons récupérés séparément à partir d'un seul matériel d'origine.

7.3 Par extrapolation linéaire, il est possible de dire que l'écart de répétabilité (en pourcentage) pour des bitumes de pénétration initiale voisine de 50 serait compris entre 3.5 et 4.5% (autour de 4%) et pour des bitumes de pénétration initiale voisine de 25, cet écart serait compris entre 2 et 4% (autour de 3% environ). De la même façon, il est possible de dire que l'écart de répétabilité permis, en unités de pénétration, pour des bitumes de pénétration 25-50 serait de l'ordre de 4 ou 5 unités de pénétration. Ces valeurs peuvent servir à titre indicatif pour des bitumes durs.

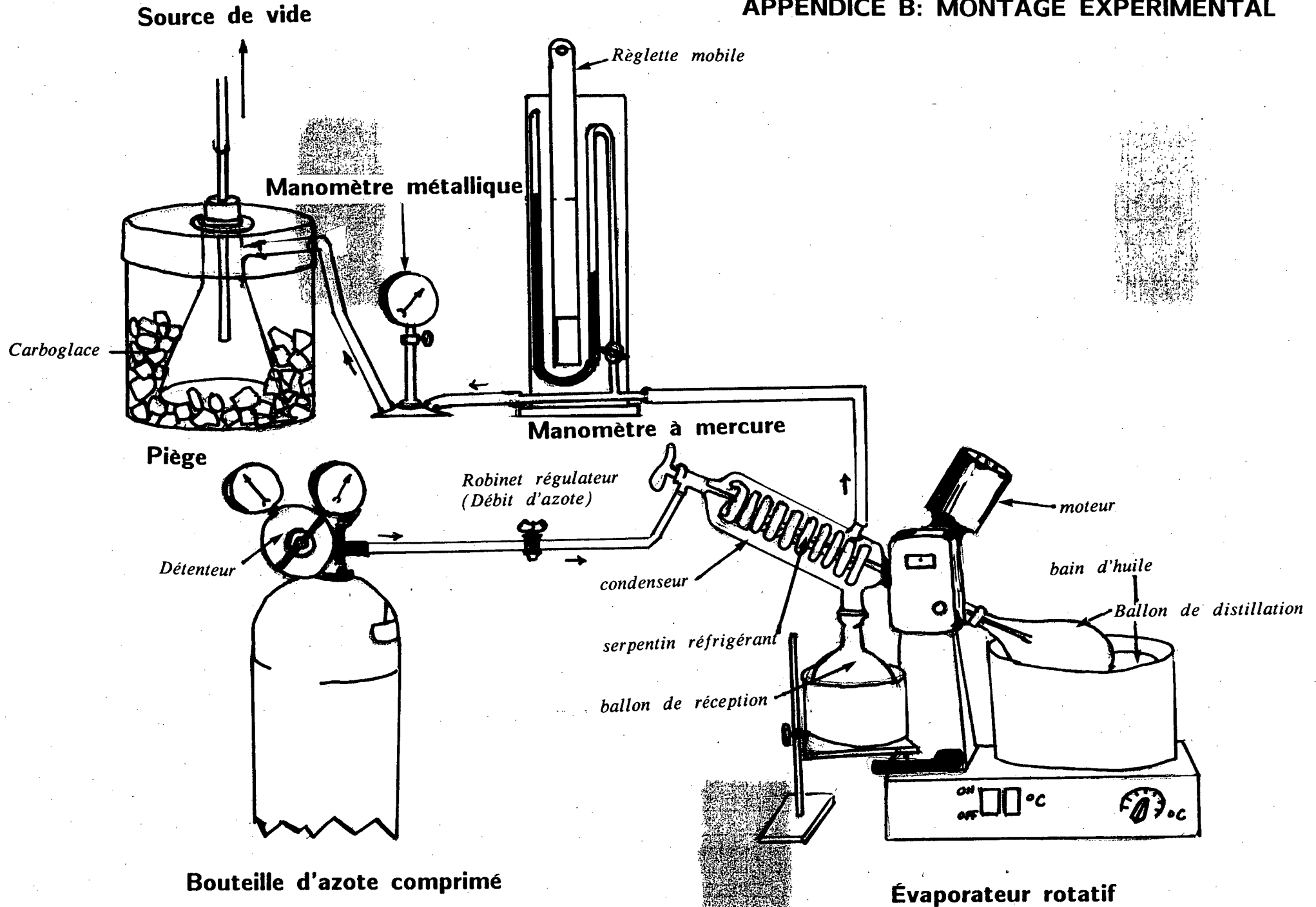
NOTE 6: Les critères d'acceptation qui figurent dans le tableau précédent, sont fondés sur des essais exécutés en duplicata sur 4 matériaux différents pour le bitume de pénétration initiale 85-100 et sur 2 matériaux différents pour les bitumes de pénétration initiale de 120-200.

NOTE 7: La valeur moyenne de pénétration conservée, pour des bitumes de pénétration initiale de 85-100, est égale à 93% (30 échantillons). La valeur moyenne de pénétration conservée, pour des bitumes de pénétration initiale de 120-200, est égale à 95% (30 échantillons). Ces deux moyennes sont significativement différentes avec une probabilité de 95%.

APPENDICE A

1. Le solvant servant à l'extraction du bitume est le trichloroéthylne (T.C.E.). On choisit un T.C.E. de qualité technique, Type 1, répondant aux spécifications O-T-634 dont on utilise la version la plus récente.
2. Ce solvant ne doit être manipulé que sous une hotte bien ventilée. Le seuil limite de concentration sur l'aire de travail est fixé à 100 ppm, valeur basée sur une semaine de 5 jours de 8 heures. (Committee of the American Conference of Governmental Hygienists, 1977).
3. A la réception de chaque chargement de T.C.E., on fait un essai à blanc d'extraction et de récupération sur un bitume dont les propriétés sont connues. Si cet essai ne donne pas de résultats satisfaisants, il faut distiller le T.C.E. avant de l'utiliser.
4. En présence de chaleur et d'humidité, il peut se former dans le T.C.E. des acides forts très corrosifs à l'égard des métaux, particulièrement si le temps d'exposition est long. Il convient donc d'entreposer le T.C.E. dans un endroit frais, à l'abri de la lumière. L'acide chlorhydrique qui peut se former dans le TCE peut contribuer au durcissement du bitume au cours des processus d'extraction et de récupération.

APPENDICE B: MONTAGE EXPÉRIMENTAL



MINISTÈRE DES TRANSPORTS



QTR A 093 754