

# EXTRACTION ET RÉCUPÉRATION DES BITUMES MODIFIÉS AUX POLYMÈRES (SBS, EVA) CONTENUS DANS LES ENROBÉS BITUMINEUX SUR BASE DES NORMES D'ESSAI EN 12697-1 ET -3

Dr. NATHALIE PIÉRARD, Dr. ANN VANELSTRAETE

Centre de Recherches Routières, Boulevard de la Woluwe, 42, 1200 Bruxelles, Belgique

*Pour déterminer la teneur en liant d'un enrobé bitumineux, la procédure d'essais la plus couramment utilisée en Belgique est basée sur l'extraction du liant solubilisé à la centrifugeuse à flux continu. Cette étape est suivie d'une récupération du liant par évaporation du solvant à l'aide d'un évaporateur rotatif dans le cas où le liant doit être caractérisé. Les procédures à suivre pour les liants routiers sont clairement décrites dans les normes européennes, mais ce n'est pas le cas pour les bitumes modifiés aux polymères (PmB). Un projet de recherche a donc été consacré à l'étude de :*

- L'effet de l'extraction sur la détermination de la teneur en liant des enrobés bitumineux à base de PmB.
- L'effet de l'extraction et de la récupération sur les propriétés des PmB.

*Cet article en présente les résultats majeurs.*

*De proefmethode die in België doorgaans wordt toegepast om het bindmiddelgehalte van een asfaltmengsel te bepalen, steunt op de extractie van het opgeloste bindmiddel met behulp van de centrifuge met continue flux. Deze stap wordt, in het geval de kenmerken van het bindmiddel moeten worden bepaald, gevolgd door een terugwinning van het bindmiddel door verdamping van het oplosmiddel met behulp van de rotatie-verdamper. De te volgen procedures zijn voor wegebitumen duidelijk beschreven in de Europese normen. Dit is niet het geval voor polymeerbitumen (PmB). Een onderzoeksproject werd daarom gericht op de studie van het effect van:*

- de extractie op het bindmiddelgehalte voor asfaltmengsels met PmB.
- de extractie en de terugwinning op de kenmerken van PmB.

*Dit artikel geeft de belangrijkste resultaten.*

## 1 Introduction

Dans un mélange bitumineux, la teneur en liant et les caractéristiques du liant sont des paramètres cruciaux qui déterminent les performances d'un enrobé bitumineux. C'est pourquoi des exigences sur le liant sont fixées dans le cahier des charges. Tant pour la teneur en liant que pour ses caractéristiques, des tolérances sont à respecter. La teneur en liant est vérifiée lors de la production de l'enrobé et sur des carottes prises à la réception du chantier tandis que les caractéristiques du liant sont contrôlées lors de sa production en raffinerie et parfois lors de la réception.

En Belgique, la teneur en liant d'un enrobé bitumineux est généralement déterminée par l'extraction du liant solubilisé à la centrifugeuse à flux continu tandis que la mesure des propriétés a lieu après récupération du liant par évaporation du solvant à l'aide d'un évaporateur rotatif. Les procédures à suivre pour les liants routiers sont clairement décrites dans les normes européennes :

- NBN EN 12697 – 1 : Bituminous mixtures – Tests methods for hot mix asphalt – Part 1 : Soluble binder content.
- NBN EN 12697 – 3 : Bituminous mixtures – Tests methods for hot mix asphalt – Part 3 : Bitumen recovery : Rotary evaporator.

Par contre, il n'existe pas de procédure standardisée pour les bitumes modifiés aux polymères (PmB), seule une annexe informative (l'annexe D) dans la norme NBN EN12697-1 et des notes informatives dans la norme NBN EN12697-3 sont disponibles. Des questions se posent sur les pourcentages de PmB récupérés ainsi que sur l'impact de la mise en solution sur leurs propriétés. Il est donc nécessaire d'investiguer plus amplement l'extraction et la récupération des PmB à partir d'enrobés bitumineux.

C'est pourquoi, au CRR, un projet de recherche est actuellement consacré à l'étude de :

- L'effet de l'extraction sur la détermination de la teneur en liant des enrobés bitumineux à base de PmB.
- L'effet de l'extraction et de la récupération sur les propriétés technologiques et les caractéristiques physico-chimiques des PmB.

Afin de mieux appréhender tous les aspects de cette recherche, l'impact de la mise en solution sur les propriétés de bitumes neufs modifiés aux polymères (SBS, EVA) a d'abord été étudié. Puis, l'étude a été élargie au cas des enrobés bitumineux à base de bitume modifié. Dans ce cas, deux aspects ont été étudiés à savoir l'impact des solvants et des méthodes de mise en solution sur la détermination de la teneur en bitume et sur les caractéristiques des bitumes récupérés.

## 2 Mélanges bitumineux et PmB étudiés

Différents bitumes modifiés aux polymères ont été utilisés pour l'étude :

- Des PmB préparés en laboratoire à partir d'un bitume routier (vénézuelien (V-) ou arabe (A-)) et de polymères SBS ou EVA (18% mol. vinylacétate). Les caractéristiques de polymères SBS et les différents types de PmB préparés en laboratoire sont décrits dans les tableaux 1 et 2. La préparation de ces bitumes a été réalisée à l'aide d'un high shear mixer. Le bitume a d'abord été préchauffé à 180°C. Ensuite, le polymère a été ajouté en petite portion (vitesse de rotation +/- 4000 t/min). Une fois l'addition terminée, la vitesse de mélange est augmentée à 4750 t/min durant 20 minutes.
- Des PmB commerciaux : 4 PmB à base d'SBS et 2 PmB à base d'EVA

Tous ces bitumes ont été utilisés pour l'étude de l'impact du solvant sur les propriétés des PmB neufs et certains d'entre eux ont servi à la recherche réalisée sur les enrobés (tableau 2).

SBS	Type	Poids moléculaire	% Styrène
R1	Radial	Moyen	20
R2	Radial	Moyen	22
R3	Radial	Haut	31
L4	Linéaire	Faible/Moyen	31
L5	Linéaire	Moyen	30

Tableau 1 : Caractéristiques des différents SBS (R= radial ; L = linéaire).

PmB	Arabique										Vénézuelien			n.d.									
	A-R1-5%	A-R1-3%	A-R2-5%	A-R3-5%	A-R3-3%	A-L4-5%	A-L5-5%	A-L5-3%	A-EVA-3%	V-R1-3%	V-R3-3%	V-L5-3%	V-EVA-3%	CRR3379	CRR3386	CRR3387	CRR4401	CRR4400	CRR3382				
Liant	Arabique										Vénézuelien			n.d.									
Polymère	Nature	SBS										EVA	SBS			EVA	SBS						EVA
	Type	R1	R2	R3	L4	L5	n.d.			R1	R3	L5	n.d.	n.d.									
	% m	5	3	5	5	3	5	5	3	3	3	3	3	n.d.									
Etude	PmB	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X			
	Enrobé	X						X	X	X		X											

Tableau 2 : Types de PmB et leur utilisation (n.d. : non déterminé)

Des enrobés de type SMA-C ont été préparés en laboratoire à partir de ces PmB selon la procédure de fabrication décrite dans la norme NBN EN12697-35: 2004/A1:2007. Leur composition est décrite dans le tableau 3. Deux types de granulats (porphyre, grès) ont été envisagés en vue d'évaluer l'impact du type de pierres. Dans l'ensemble de l'article, la teneur en liant est rapportée à la masse totale des agrégats.

Met opmaak: Frans  
(standaard)

Granulat	Teneur (%)	
	Porphyre	Grès
6,3/10	63,3	70,2
4/6,3	10,1	6,5
0/2	9,4	14,4
0/2	9,4	--
Filler (IIa)	7,8	8,9
Liant	6,6	6,6

Tableau 3 : Composition des enrobés de type SMA-C préparés en laboratoire.

La détermination de la teneur en liant a été réalisée sur des enrobés en vrac, des enrobés en vrac vieillis 1h30 à 135°C pour simuler le vieillissement de mise en œuvre (procédure AASHTO R30-1: 2006 (réf.1) à l'exception de la durée de l'essai) et des enrobés compactés à la presse giratoire (procédure NBN EN 12697-31 : 2007). Dans le cas de la caractérisation des PmB extraits, seuls les enrobés en vrac ont été étudiés.

### 3 Méthodes d'analyse

Les liants neufs, passés en solution ou extraits des enrobés ont été caractérisés. Leurs propriétés ont été évaluées à partir des mesures de :

- La pénétration à 25°C (Pen) suivant la NBN EN 1426 : 2007
- La température de ramollissement Anneau et Bille (TA&B) suivant la NBN EN 1427 : 2007.
- Le module complexe  $G^*$  et l'angle de phase  $\delta$  (52°C ;1,6 et 10 Hz) selon la NBN EN 14770: 2005. Les mesures ont été réalisées durant un balayage en fréquence.

Les caractéristiques rhéologiques n'ont pas été mesurées le jour de la récupération du PmB mais les échantillons ont subi un réchauffage<sup>1</sup>. Les échantillons à base d'EVA ont en outre été préparés 24 h avant l'essai pour permettre le réarrangement de l'EVA au sein de l'échantillon (réf.2).

Les caractéristiques chimiques ont été déterminées à l'aide d'un spectromètre IR sur des liants mis en solution. Deux types de pics ont été étudiés : les pics rendant compte de l'oxydation du liant (1700 et 1030  $\text{cm}^{-1}$ ) et les pics propres aux polymères SBS (700 et 968  $\text{cm}^{-1}$ ) et EVA (1740 et 1240  $\text{cm}^{-1}$ ).

### 4 Impact de la mise en solution sur les propriétés des PmB neufs

Cette étude a pour but d'identifier l'impact de la mise en solution dans différents solvants des PmB neufs sur leurs caractéristiques.

Pour cela, les PmB ont été mis en solution durant une nuit sous faible agitation (à raison de 50 g de PmB pour 500 ml de solvant) et récupérés à l'aide de l'évaporateur rotatif en accord avec les conditions expérimentales décrites dans la norme NBN EN 12697-3 : 2005 et présentées au tableau 4. Les solvants utilisés sont le toluène, le trichloréthylène et le dichlorométhane.

Solvant	Phase 1		Phase 2	
	Température (°C)	Pression (kPa)	Température (°C)	Pression (kPa)
Toluène	110	40	160	2
Trichloréthylène	90	40	160	2
Dichlorométhane	45	80	150	1,3

Tableau 4 : Conditions expérimentales pour la récupération des PmB selon le solvant utilisé.

Met opmaak: Engels  
(Groot-Brittannië)

Les caractéristiques technologiques, rhéologiques et chimiques des PmB récupérés ont été mesurées et comparées à celles des PmB d'origine.

<sup>1</sup> Réchauffer 10 à 20 g pendant 15 minutes à 170 °C et homogénéiser manuellement le liant avant de couler les échantillons.

#### 4.1 Cas des bitumes modifiés au SBS

L'évolution des caractéristiques technologiques des PmB à base de 3 % d'SBS et des PmB commerciaux suite au passage en solution est présentée à la figure 1.

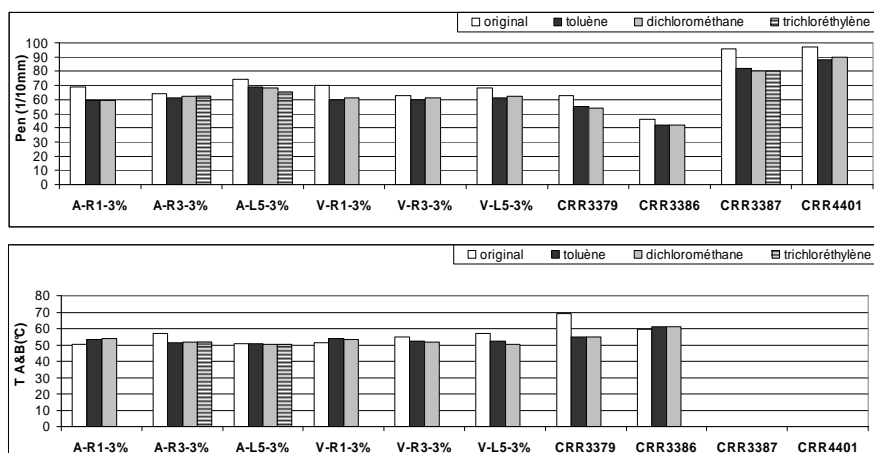


Figure 1 : Caractéristiques technologiques des PmB SBS suite à leur mise en solution et récupération dans différents solvants.

On y constate une diminution de la pénétration quel que soit le solvant utilisé couplée le plus souvent avec une diminution de la température de ramollissement.

PmB SBS	$\Delta Pen$ (15 ech sauf trichlo 8)			$\Delta T$ A&B (13 ech sauf trichlo 7)		
	Toluène	Dichloro	Trichlo	Toluène	Dichloro	Trichlo
Moyenne (%)	-8	-8	-11	-4	-7	-5
$\sigma$ (%)	4	6	4	9	10	7
Plage de variation (%)	-15 à -2	-15 à 6	-17 à -3	-20 à 7	-20 à 8	-12 à 9

PmB SBS	$\Delta G$ (1,6 Hz ; 52°C) (14 ech sauf trichlo 8)			$\Delta G$ (10 Hz ; 52°C) (14 ech sauf trichlo 8)		
	Toluène	Dichloro	Trichlo	Toluène	Dichloro	Trichlo
Moyenne (%)	17	19	26	14	14	21
$\sigma$ (%)	15	16	13	12	12	7
Plage de variation (%)	-26 à 36	-16 à 44	5 à 41	-20 à 28	-16 à 30	9 à 31

Met opmaak: Engels (V.S.)

Met opmaak: Engels (V.S.)

Tableau 5 : Moyennes des différences mesurées sur les caractéristiques de chaque PmB SBS suite à leur mise en solution et à leur récupération ainsi que l'écart type et la plage de variation des ces différences.

Le tableau 5 donne un aperçu global de l'évolution des caractéristiques technologiques et rhéologiques pour l'ensemble des PmB SBS étudiés (tableau 2). Il y est repris la moyenne des différences mesurées sur les caractéristiques des différents PmB suite à leur mise en solution et à leur récupération, l'écart type (intervalle de confiance à 95%) et la plage de mesure dans laquelle les variations mesurées sont comprises.

Dans ce tableau, il ressort que la mise en solution du PmB et sa récupération induisent en moyenne une diminution de la pénétration et de la température de ramollissement ainsi qu'une augmentation du module de rigidité  $G^*$ . Le PmB devient donc plus dur suite au passage en solution.

Selon le solvant utilisé, l'impact sur chaque caractéristique est plus ou moins important. Pour trois des quatre caractéristiques mesurées (Pen,  $G^*$  (1,6 et 10 Hz)), le trichloréthylène est le solvant qui modifie le plus les caractéristiques du PmB tandis que l'utilisation du toluène et du dichlorométhane les modifient de manière relativement similaire. Cette constatation est à mettre en rapport avec un vieillissement plus prononcé mesuré par IR pour les PmB passés en solution dans le trichloréthylène (réf.3). Toutefois, on ne peut imputer les différences observées au niveau des caractéristiques à ce seul phénomène de vieillissement.

Le dichlorométhane et le toluène sont donc à préférer pour les récupérations par rapport au trichloréthylène dans le cas des PmB à base d'SBS. Aucune corrélation ne peut être proposée entre les caractéristiques des PmB neufs et celles des PmB mis en solution étant donné la plage de variation étendue mesurée pour chaque caractéristique.

#### 4.2 Cas des bitumes modifiés à l'EVA

La même analyse a été réalisée dans le cas des bitumes modifiés avec de l'EVA.

Dans ce cas, quatre échantillons ont été testés dont l'évolution des caractéristiques technologiques suite au passage en solution est présentée à la figure 2. On y constate une diminution de la pénétrabilité à 25°C et une faible augmentation de la température de ramollissement.

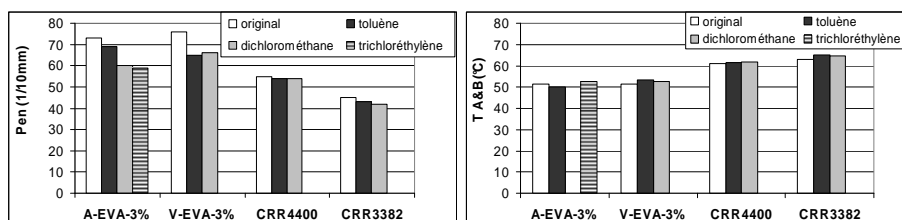


Figure 2 : PmB EVA après mise en solution et récupération dans différents solvants.

PmB EVA	$\Delta Pen$ (4 ech sauf trichlo 1)			$\Delta T$ A&B (4 ech tol., 3 dichloro et 1 trichlo)		
	Toluène	Dichloro	Trichlo	Toluène	Dichloro	Trichlo
Moyenne (%)	-10	-7	-19	1	2	2
$\sigma$ (%)	6	5	--	3	1	--
Plage de variation (%)	-18 à -2	-14 à -2	--	-3 à 4	2 à 3	--
PmB EVA	$\Delta G$ (1,6 Hz ; 52°C) (3 ech sauf trichlo 1)			$\Delta G$ (10 Hz ; 52°C) (3 ech sauf trichlo 1)		
	Toluène	Dichloro	Trichlo	Toluène	Dichloro	Trichlo
Moyenne (%)	-3	17	28	-10	9	26
$\sigma$ (%)	42	31	--	42	33	--
Plage de variation (%)	-59 à 42	-28 à 40	--	-67 à 6	-38 à 33	--

Tableau 6 : Moyenne des différences mesurées sur les caractéristiques de chaque PmB EVA suite à leur mise en solution et à leur récupération ainsi que l'écart type et la plage de variation des ces différences.

Le tableau 6 donne un aperçu global de l'évolution des caractéristiques technologiques et rhéologiques pour l'ensemble des PmB EVA étudiés. Il en ressort que la mise en solution du PmB ainsi que sa récupération induisent en moyenne : une diminution de la pénétration, peu

de modification de la température de ramollissement et une augmentation ou une diminution importante du module de rigidité selon le PmB étudié.

Au vu de ces résultats, il est difficile de promouvoir un solvant plutôt qu'un autre.

## **5 Impact des solvants et des modes de mise en solution sur la détermination de la teneur en PmB des enrobés**

Cette étude a pour but d'identifier l'impact des solvants et de la méthode de mise en solution sur la teneur en bitume déterminée par la méthode de l'extraction à la centrifugeuse à flux continu.

Cette étude est réalisée sur des enrobés bitumineux SMA-C préparés en laboratoire avec des granulats porphyres ou grès comme décrit au point 2. Trois types de produits ont été étudiés : des enrobés en vrac directement après leur fabrication, des enrobés en vrac vieillis pour simuler le vieillissement lors de la mise en œuvre de l'enrobé et des enrobés compactés.

La détermination de la teneur en liant a été réalisée en double selon les procédures décrites dans les normes NBN EN 12697-1 : 2006 (partie B2, centrifugeuse à flux continu de type FROWAG). Deux solvants ont été utilisés par type de mélange : le toluène et le dichlorométhane pour les enrobés à base PmB SBS et le toluène et le trichloréthylène pour ceux à base de PmB EVA. Ce choix se base d'une part, sur les conclusions de l'étude de l'impact du solvant sur les propriétés des PmB neufs et sur le fait que lors de l'utilisation du dichlorométhane pour les PmB à base d'EVA, il y a une précipitation du PmB durant la centrifugation. Ce solvant a donc été écarté.

Deux modes de mise en solution à température ambiante ont été expérimentées : la mise en solution à l'aide de la bouteille tournante BT (méthode proposée dans la norme EN 12697-1, partie B1.4) ou en plaçant l'enrobé désagrégé durant 16 h environ dans un récipient contenant le solvant (850 g pour 1,5 l) sous faible agitation (poêlon). La durée de mise en solution à l'aide de la bouteille tournante a été optimisée pour obtenir la dissolution complète du PmB : elle est d'1h30 pour l'enrobé en vrac et de 2 h pour les enrobés compactés.

Les résultats obtenus sont présentés au tableau 7. Son analyse montre que :

- la teneur en liant mesurée est quasi toujours inférieure à la quantité de liant introduite à la fabrication de l'enrobé.
- Dans le cas des enrobés à base de PmB SBS,
  - l'utilisation du poêlon (mise en solution plus longue mais sans grande agitation) plutôt que l'utilisation de la bouteille tournante n'a pas d'impact notable sur la teneur en liant mesurée.
  - La teneur en liant peut varier selon le solvant utilisé. Le plus souvent, le toluène donne donc des résultats plus reproductibles et plus proches de la teneur en PmB SBS introduite que le dichlorométhane : les pertes par rapport à la teneur initiale en PmB (6,6 % m.) sont  $0,2 \pm 0,1$  % quelle que soit la méthode de mise en solution pour le toluène et de  $0,3 \pm 0,2$  % (BT) et de  $0,4 \pm 0,2$  % (poêlon) pour le dichlorométhane.

Cela est probablement dû à l'évaporation importante du dichlorométhane lors de la centrifugation (perte de  $\pm 50$  % vol. contre  $\pm 15$  % vol. pour le toluène) ainsi qu'au givrage de l'appareil durant la centrifugation qui rend la détermination de la teneur en liant moins précise.

- Le type de granulat peut avoir un impact sur la teneur en liant mesurée surtout dans le cas de l'utilisation du dichlorométhane.
- Selon le type de bitume routier utilisé pour la fabrication du PmB, la teneur en liant mesurée peut différer.
- Le vieillissement de vrac préalablement à l'essai tend à diminuer l'efficacité du dichlorométhane pour la détermination de la teneur en PmB.

PmB	Traitement	Solvant	Enrobé en vrac				Carottes
			Porphyre		Grès		BT
			BT	Poêlon	BT	Poêlon	
A-R1-3%	Aucun	Toluène	6,5	6,4	--	--	6,4
		Dichloro	6,3	6,5	--	--	6,3
	Vieilli 1,5 h à 135°C	Toluène	6,4*	6,3	6,3	6,3	--
		Dichloro	6,1	6,2	--	--	--
V-R1-3%	Aucun	Toluène	--	--	--	--	6,3
		Dichloro	--	--	--	--	6,3
	Vieilli 1,5 h à 135°C	Toluène	6,5	6,6	6,5	6,5	--
		Dichloro	6,4	6,5	5,9	6,1	--
A-L5-3%	Aucun	Toluène	6,3	6,5	--	--	6,3
		Dichloro	6,5	6,5	--	--	6,1
	Vieilli 1,5 h à 135°C	Toluène	--	--	6,4	6,4	--
		Dichloro	--	--	6,2	6,2	--

\* durée de mise en solution 2 h 15 plutôt qu'1 h 30

Tableau 7 : Teneur en liant (% m.) déterminée sur des enrobés bitumineux SMA-C à base de PmB SBS (6,6% m.).

- Dans le cas des enrobés en vrac à base de PmB EVA,
  - Ni le toluène, ni le trichloréthylène ne donne de résultats probants avec la bouteille tournante (perte de 0,6 % par rapport à la teneur initiale de 6,6 % m.)
  - Prolonger la durée de mise en solution (poêlon) rapproche la teneur en liant mesurée de celle introduite lors de la fabrication de l'enrobé. Le toluène semble, dans ce cas, donner de meilleurs résultats.

PmB	Traitement	Solvant	Teneur (% m.)	
			BT	Poêlon
A- EVA-3%	Vieilli 1,5 h à 135°C	Toluène	6,0	6,4
		Trichlo	6,0	6,2

Tableau 8 : Teneur en liant déterminée sur des enrobés bitumineux en vrac de type SMA-C à base de PmB EVA (6,6 % m.) et de granulats porphyre.

On retiendra que :

- la teneur en liant mesurée est quasi toujours inférieure à la teneur en liant introduite.
- Le toluène est préférable au dichlorométhane pour déterminer la teneur en PmB SBS et au trichloréthylène dans le cas de PmB EVA d'un enrobé bitumineux.



- La mise en solution de l'enrobé à l'aide de la bouteille tournante est aussi efficace pour solubiliser le PmB à base de SBS qu'un séjour de 16 h environ dans le solvant sous faible agitation. Cela n'est pas le cas des enrobés à base de PmB EVA où la durée de mise en solution semble importante.

## 6 Impact des solvants et des méthodes de mise en solution sur les caractéristiques des PmB récupérés des enrobés bitumineux

Cette étude a pour but d'identifier l'impact des solvants et de la méthode de mise en solution sur les PmB extraits et récupérés. La détermination de la teneur en liant ainsi que la récupération du liant ont eu lieu successivement sur le même échantillon de départ. La méthode de récupération est décrite dans la norme NBN EN 12697-3 : 2005 et les conditions de pressions et de températures sont décrites dans le tableau 4.

Dans le cas des PmB SBS, les résultats pour les caractéristiques technologiques sont présentés à la figure 3. La confrontation des différences mesurées selon le type de solvants ou de modes de mise en solution utilisés avec la répétabilité de l'essai pour chaque caractéristique mesurée montrent que :

- Le type de solvant choisi (toluène ou dichlorométhane) a un impact important sur les mesures de pénétrabilité dans 42 % des cas (5 cas sur 12) et n'a pas d'impact sur la température de ramollissement.
- La méthode choisie pour la mise en solution a un impact important sur la pénétration du liant récupéré dans 92 % des cas (11 cas sur 12) et sur la température de ramollissement dans 33% des cas (4 sur 12). La bouteille tournante donne généralement des valeurs de pénétration plus élevées.

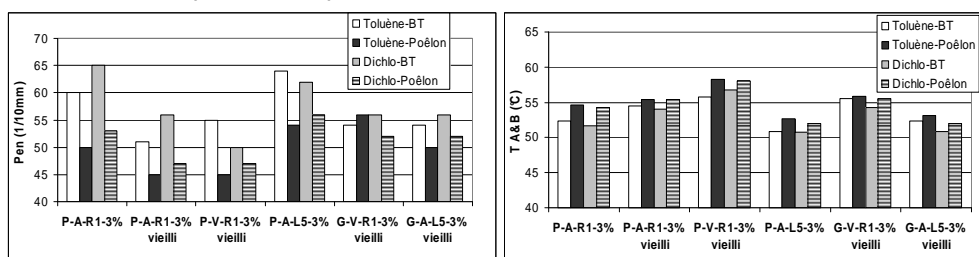


Figure 3 : PmB SBS extraits (P- porphyre, G- grès) par solvant et type de mise en solution.

Dans le cas des PmB à base d'EVA, il n'est pas possible d'extraire complètement ces PmB par le toluène ou le trichloréthylène quelque soit la méthode de mise en solution choisie. En effet, contrairement aux PmB SBS récupérés, on observe, par spectrométrie IR, une diminution de la quantité d'EVA dans le PmB récupéré (diminution de l'intensité relative des pics IR comprise entre 25 et 75 %). Les caractéristiques mesurées sur ces PmB récupérés ne sont donc pas représentatives du PmB tel qu'il se trouve dans l'enrobé.

Des tentatives de solubilisation à chaud (reflux) dans ces deux solvants ont été entreprises en vue d'améliorer la solubilisation de l'EVA contenu dans le PmB. Dans ce cas, la

diminution de l'intensité relative des pics de l'EVA en IR est nettement moindre et comprise entre 2 et 11% indépendamment du solvant utilisé (toluène ou trichloréthylène).

## 7 Conclusions

Pour déterminer la teneur en PmB d'un enrobé, l'utilisation de solvant quelque soit la méthode de mise en solution donne en général une teneur inférieure à celle introduite lors de la fabrication. L'utilisation du toluène est préférable au dichlorométhane dans le cas de PmB SBS et au trichloréthylène dans le cas de PmB EVA. La méthode utilisée pour la mise en solution (bouteille tournante ou poêlon) n'a pas d'impact sur la teneur en PmB SBS mais dans le cas de PmB EVA, il est préférable de prolonger la durée de mise en solution (poêlon).

Le solvant et la méthode de mise en solution peut avoir un impact sur les propriétés du PmB récupéré d'un enrobé bitumineux. Dans le cas des PmB SBS, le toluène et le dichlorométhane sont à préférer au trichloréthylène et la méthode de mise en solution a un grand impact dans la plupart des cas sur la pénétration et dans un tiers des cas sur la température de ramollissement. Le type de solvant peut aussi avoir un impact sur la pénétrabilité sans qu'un impact ne soit constaté sur la température de ramollissement. Dans le cas des PmB à base d'EVA, il n'est pas possible de récupérer totalement l'EVA contenu dans l'enrobé par une des deux méthodes de mise en solution étudiées. Utiliser une méthode de solubilisation à chaud (reflux) permet d'améliorer l'efficacité de l'extraction.

Dans le futur, il est prévu de poursuivre cette étude sur des enrobés de chantier et d'étudier la méthode de calcination pour déterminer la teneur en liant des enrobés à base de PmB.

## 8 Remerciements

Cette recherche a pu être réalisée grâce au support financier du Gouvernement fédéral belge (numéro de contrat : CC-CCN 358). Les auteurs remercient P. Crabbé, C. Motte et A. Fondu pour leur support technique ainsi que les fabricants de polymères et de bitumes pour la fourniture des échantillons.

## 9 Références

- 1 AASHTO R30-1: 2006, Standard method of test for Mixture Conditioning of Hot-Mix Asphalt.
- 2 H. Soenen et al., « Influence of thermal history on rheological properties of various bitumen », *Rheo Acta*, 45, 2006, 729-739.
- 3 N. Piérard et al., « Extraction et récupération des liants d'enrobés bitumineux à base de bitume modifié au polymère », Rapport final de la première biennale du 1 juillet 2006 au 30 juin 2008, CONVENTION CC-CCN 358, CRR.