

BITUMINÖSA BINDEMEDEL

Destillation av bitumenlösning och vägolja

Bituminous binders. Destillation of cutback and road oil.

1. ORIENTERING
 2. SAMMANFATTNING
 3. UTRUSTNING
 4. PROVBEREDNING
 5. PROVNING
 6. SÄKERHET
 7. BERÄKNING
 8. PRECISION, EVENTUELL UPPREPNING
 9. RAPPORT
- BILAGA: Kalibrering av mätcylinder

1. ORIENTERING

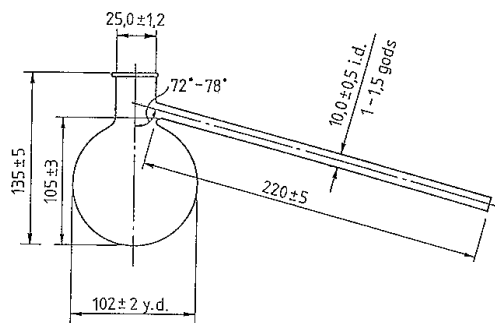
Denna metod, som är utformad på grundval av ASTM D 402-94, beskriver förfarandet vid destillation av bitumenlösning och vägolja.

2. SAMMANFATTNING

200 ml bitumenlösning eller vägolja överförs i en 500 ml kolv och destilleras under väldefinierade betingelser upp till temperaturen 360°C. Volymen destillat vid 190, 225, 260, 315 och 360°C bestäms.

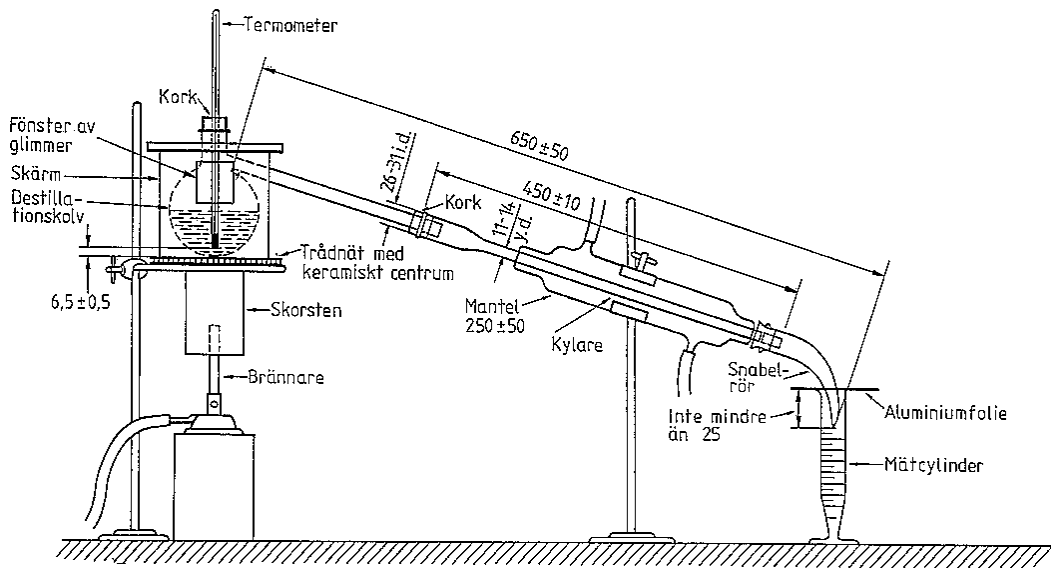
3. UTRUSTNING

- 3.1 Destillationskolv av glas, volym 500 ml, med sidorör enligt figur 1.



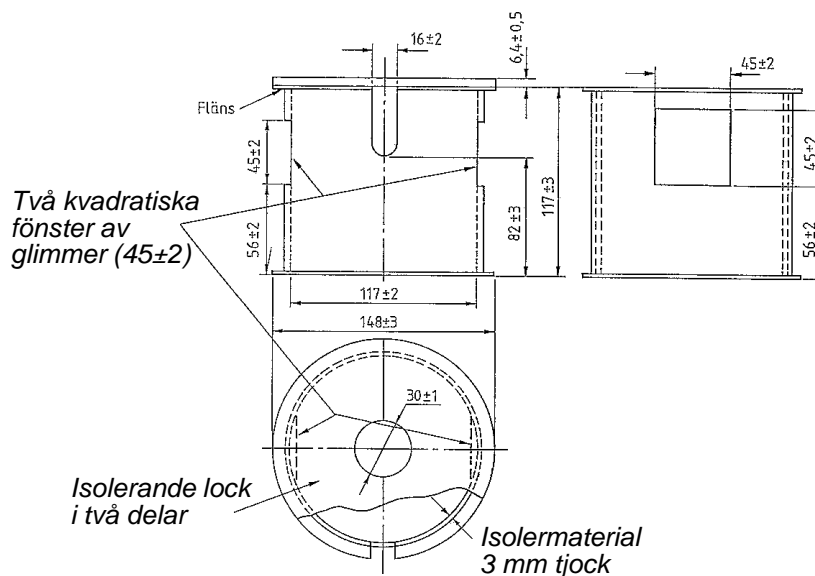
Figur 1. Destillationskolv (mått i mm)

3.2 Kylare av glas enligt figur 2.



Figur 2. Monterad destillationsapparat (mått i mm)

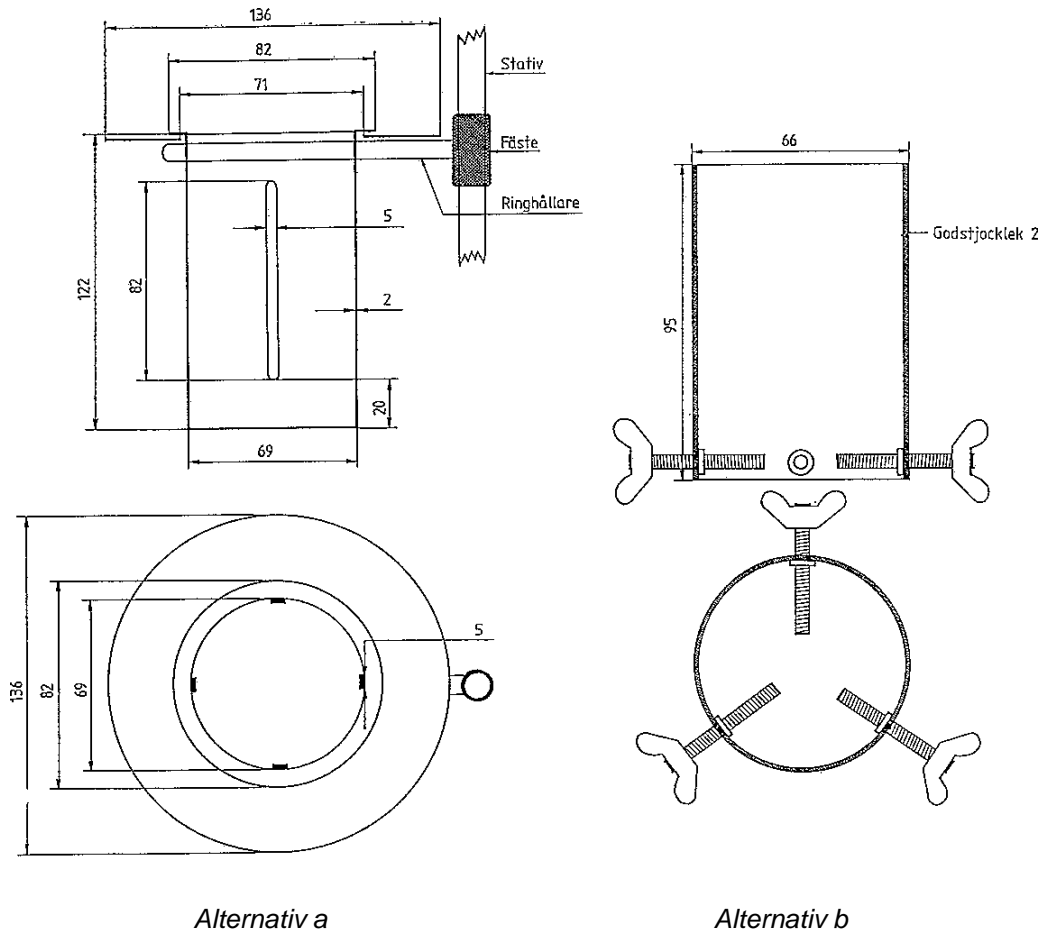
- 3.3 Snabelrör av glas med toppen tätt ansluten till kylaren med hjälp av en kork enligt figur 2. Snabelröret skall vara vinklat ungefär 105° och ha inre diameter på ca 18 mm vid den grova och minst 5 mm vid den smala änden. Snabelrörets form skall följa en jämnt fallande kurva så att destillatet kan rinna fritt från kylaren till mätcyllindern (3.8). Vid utloppet skall snabelrörets inre linje vara lodrät och rörets ände skuren eller slipad till $45 \pm 5^\circ$.
- 3.4 Skärm med lock enligt figur 3 används för att skydda kolven mot luftströmmar samt för att minska värmeförlusterna. Skärmen skall vara av stål, isolerad med 3 mm keramisk fiberduk, t ex Triton Kaowoll, se anm. Skärmen skall vara utrustad med ett genomskinligt fönster av glimmer. Locket skall vara tvådelat och av tunt isolermaterial.



Figur 3. Skärm med lock (mått i mm)

Anm. Som isolermaterial föreskrivs i ASTM D 402-94, asbest, vilket är förbjudet i Sverige. Triton Kaowoll säljs i Sverige av Beijers, Malmö.

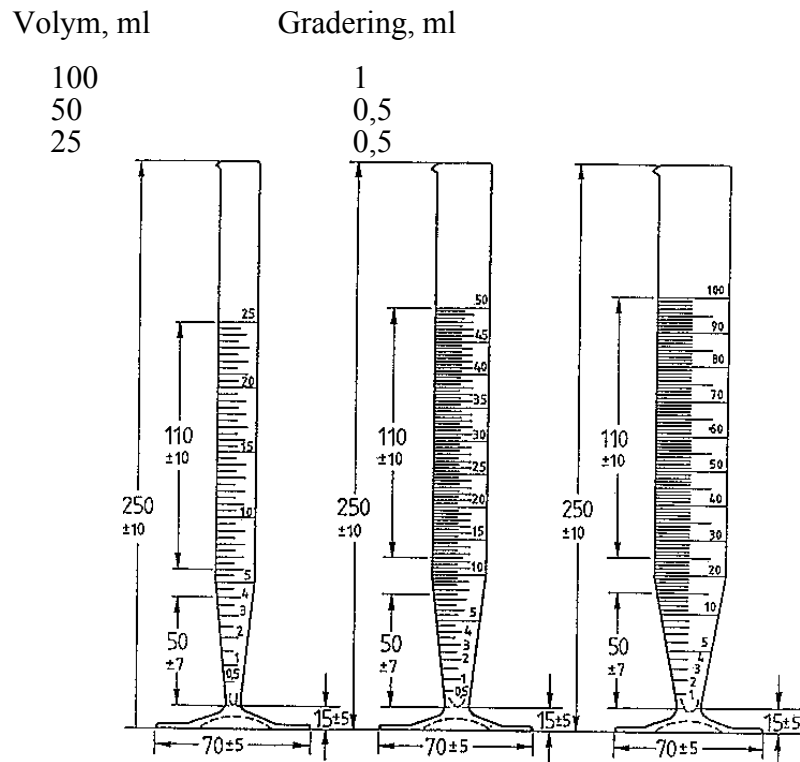
- 3.5 Skorsten av stål enligt figur 4, alternativ a eller b för att skydda lågan från störande drag.



*Figur 4. Skorsten alternativ a och b (mått i mm)
 För mått större än 10 mm är toleransen ± 1 mm
 För mått mindre än 10 mm är toleransen $\pm 0,5$ mm*

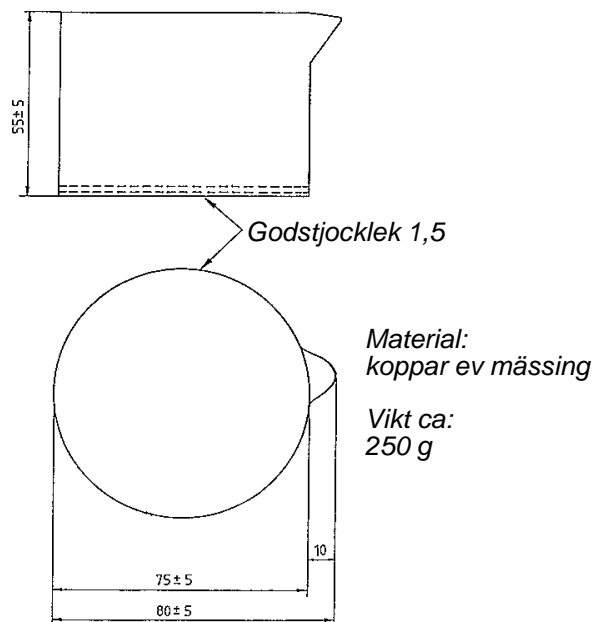
- 3.6 Anordning som bär upp skärm, destillationskolv och skorsten (enligt alternativ a) bestående av 2 kvadratiska trådnät ca 15 x 15 cm med 1.5–2 mm maskstorlek samt trefot eller stativ med ring.
- 3.7 Gasolbrännare, t ex justerbar Bunsenbrännare eller Tirrillbrännare.

- 3.8 Kalibrerade mätcylindrar enligt figur 5 med följande volymer och graderingar:



Figur 5. Mätcylindrar (mått i mm)

- 3.9 Cylindrisk behållare av metall för destillationsåterstod enligt figur 6 med innerdiameter 75 ± 5 mm. Behållaren skall väga ca 250 g och kan vara försedd med pip.



Figur 6. Behållare för destillationsåterstod (mått i mm)

- 3.10 Termometer. Termometer 8C enligt ASTM:s specifikation E1 eller termometer 6C enligt IP:s specifikation.
- 3.11 Kastrull med lock, t ex av aluminium, med volym ca 4 l.
- 3.12 Våg med kapacitet minst 1 kg och onoggrannheten högst 0,3 och avläsbarhet 0,1 g.
- 3.13 Barometer

4. **PROVBEREDNING**

Värm, homogenisera och neddelat till laboratoriet inkomna provet.

5. **PROVNING**

Varje provning enligt denna metod skall normalt omfatta två analysprov. All utrustning skall vara väl rengjord och torr, innan provningen påbörjas.

Bestäm provets densitet vid 25°C i luft enligt ASTM D70-76.

Beräkna på grundval av denna densitet den mängd av det förbehandlade provet som svarar mot volymen 200 ml. Väg in denna provmängd i destillationskolven (3.1) med en onoggrannhet på högst 0,5 g.

Skorstenen (3.5) enligt alternativ a och trådnäten (3.6) placeras på trefoten alternativt stativringen och därefter placeras skärmen (3.4) på näten enligt figur 3.

Vid användning av skorsten enligt 3.5 alternativt b fastsätts denna på brännaren och placeras sedan med anliggning mot trådnätets undersida.

Placera destillationskolven med prov i skärmen på trådnäten. Koppla ihop kylaren (3.2) och röret på destillationskolven med hjälp av en kork. Kopplingen måste vara tät. Se till att centrumaxeln genom kolvens hals är lodrät. Justera snabelrörets läge på kylaren så att avståndet mellan kolvens hals och snabelrörets utlopp blir det som visas i figur 2.

Montera termometern (3.10) i destillationskolven med hjälp av en kork så att termometerkulan vilar på kolvens botten. Drag därefter upp termometern $6,5 \pm 0,5$ mm från kolvens botten. Se till att korken sluter tätt mot termometer och kolvhals.

Sätt behållaren för destillationsåterstoden (3.9) på ett lämpligt underlag i kastrullen (3.11) så att behållarens överkant hamnar 5 cm under kastrullens överkant. Denna åtgärd avser att underlätta upphållningen av destillationsresten.

Välj lämplig storlek på mätcylinder (3.8) enligt följande:

Beräknat destillat intill 360°C (ml)	Mätcylinderns volym (ml)
<25	25
25 – 50	50
>50	100

OBS! Mätcylindrarna skall vara kalibrerade enligt bilagan.

Placera mätcylindern så att snabelröret (3.3) når minst 25 mm ner i cylindern men ej till det översta mätstrecket. Täck mätcylinderns öppning med en bit aluminiumfolie.

Apparaturen är nu färdigmonterad. Eventuell korrigering av nominella avläsningstemperaturer utförs och de korrigerade temperaturerna noteras, se tabell 1 och exempel. Släpp på kylvatten genom kylaren och påbörja destillationen.

Tillför värme till kolven via skorstenen så att den första destillatdroppen faller från destillationskolvens sidorör inom 5–15 min. Reglera sedan värmeförseln så att destillationshastigheten upp till resp korrigerade nominella temperatur följs (räkna dropparna när de lämnar snabelröret):

50–70 droppar/min upp till 260°C

20–70 droppar /min mellan 260 och 315°C

Tidsåtgång högst 10 min för destillationen mellan 315 och 360°C

Anm. Vissa bitumenlösningar ger ingen eller mycket liten destillatmängd upp till 315°C. I sådana fall blir det omöjligt att hålla angiven hastighet i droppar/min. Metodkraven uppfylls dock om upphettningshastigheten överstiger 5°C/min.

Avläs volymen destillat i mätcylindern vid de korrigerade nominella temperaturerna 190, 225, 260, 315 och 360°C (för vägolja endast 260, 315 och 360°C, se tabell 1). Avläs på 0,2 ml (0,5 ml) när, om mätcylinderns volym är 25 eller 50 ml (100 ml). Korrigera dessa avläsningstemperaturer enligt tabell 1 på 0,5°C när, om barometertrycket avviker från 760 mm Hg.

Tabell 1. Faktorer för beräkning av temperaturkorrektioner

Nominell temperatur, °C	Korrektion* för 10 mm Hg-avvikelse från 760 mm Hg, °C
190	0,55
225	0,59
260	0,63
315**	0,70
360	0,75

* Subtraktion om barometertrycket är under 760 mm Hg; addition vid tryck över 760 mm Hg.

** Enl. ASTM D402-76 (Reapproved 1987) görs avläsningen vid 316°C.

Exempel: Barometertrycket är 782 mm Hg. Gör avläsningen av volym destillat vid 261,5 i stället för 260°C, ty $22 \cdot 0,63/10 = 1,39 \approx 1,5$

Stäng av värmekällan när temperaturen nått 360°C eller motsvarande korrigerade temperatur.

Demontera destillationskolven och plocka bort termometern. Håll kolven i sidoröret och håll omedelbart destillationsåterstoden i provbehållaren (3.9). Se till att röret hålls horisontellt så att inget kvarvarande destillat rinner tillbaka i destillationsresten. Tillse att avståndet mellan destillationskolvens mynning och behållaren minimeras. Tiden från det att uppvärmningen avbryts till dess tömningen av återstoden påbörjas får ej överstiga 15 s.

Låt eventuella destillatrester i kylaren komma ned i mätcylindern. Avläs den totala volymen destillat när detta antagit rumstemperatur.

När temperaturen sjunkit så att destillationsåterstoden inte längre ryker, homogeniseras densamma och överförs till de behållare, som används vid påföljande bestämning av t ex penetration, mjukpunkt och viskositet.

Bestämningarna kan utföras i direkt anslutning till destillationen. Provning kan också utföras vid ett senare tillfälle under förutsättning att provet (återstoden) förbehandlas på det sätt som beskrivs i FAS Metod 333.

6. SÄKERHET

- Vid tömning av återstoden från kolven skall skyddshandskar, som är effektivt värmeisolerade och täta mot varm bitumen, användas. Vid tömningen skall dragskåpets lucka vara neddragen så långt att laborantens ansikte skyddas för eventuella stänk från den varma återstoden.
- En viss risk för självantändning av återstoden föreligger vid tömningen från destillationskolven. Av denna anledning är det viktigt att provbehållaren (3.9) är placerad i kastrullen (3.11). Om provet antänds, placera då omedelbart locket på kastrullen.
- Eldsläckare skall finna tillgänglig. Kolsyresläckare typ BE, alternativt pulversläckare typ ABE, rekommenderas.

7. BERÄKNING

Beräkna destillathalterna i vol-% av ursprunglig provvolym enligt följande: Avläst destillatvolym vid resp nominell temperatur divideras med 2.

Exempel: Destillatvolymen intill 360°C är 23,6 ml.

Halten destillat intill 360°C blir alltså $23,6/2 = 11,8$ vol-%.

8. PRECISION, EVENTUELL UPPREPNING

Jämför resultaten som erhållits vid de båda destillationerna. Godta värdena, om skillnaden i destillathalt ej överstiger 1 vol-% vid någon av de nominella temperaturerna.

Undersök ytterligare två analysprov, om skillnaden är större. Beräkna där- efter standardavvikelsen på grundval av de fyra erhållna värdena vid resp temperatur. Stryk eventuella extremdata enligt FAS Metod 015, om en eller flera standardavvikelser är större än 1 vol-%.

Beräkna aritmetiska medelvärdet ur samtliga godtagna värden vid resp temperatur.

9. RAPPORT

Rapportera

- a) att destillationen utförts enligt denna metod
- b) destillathalten i vol-% med en decimal intill 190, 225, 260, 315 och 360°C (för väglja endast 260, 315 och 360°C).

KALIBRERING AV MÄTCYLINDER

1. ORIENTERING
2. PROVNING
3. BERÄKNING
4. UTVÄRDERING

1. ORIENTERING

Denna beskrivning behandlar volymskalibrering av de mätcylindrar som används för uppsamling och mätning av destillatet, vid destillationsanalys enligt FAS Metod 350. Som underlag för denna enkla metod har i viss mån använts ASTM E542-85.

Kalibreringen omfattar avläsning vid följande skalstreck:

Mätcylinderns volym (ml)		
25	50	100
0,5	0,5	1,0
1,0	1,0	2,0
2,0	2,0	5,0
5,0	5,0	10,0
10,0	10,0	20,0
15,0	20,0	40,0
20,0	30,0	60,0
25,0	40,0	80,0
	50,0	100,0

2. PROVNING

Väg först mätcylindern tom och sedan fylld med vatten till i ovanstående tabell angivna skalstreck. Vattnet skall vara destillerat eller avjoniserat och urkokt och ha temperaturen $20 \pm 2^\circ\text{C}$.

Finjustera vattenmängden med t ex byrett eller pipett för att fylla vatten till exakt önskad nivå i mätcylindern.

Läs av volymen vid meniskens lägsta punkt utan att parallax uppstår mellan denna punkt och aktuellt skalstreck.

3. BERÄKNING

Beräkna den *verkliga volymen* enligt följande:

$$V_{20} = (m_t - m_m) / \rho_{20}$$

V_{20} = verklig volym vid $20 \pm 2^\circ\text{C}$ (ml) med en decimal

m_t = vikt av mätcylinder (g) med en decimal

m_m = vikt av mätcylinder + vatten (g) med en decimal

ρ_{20} = vattnets densitet vid $20^\circ\text{C} = 0,998 \text{ g/ml}$

4. UTVÄRDERING

Om skillnaden mellan verklig volym och avläst volym vid resp kontrollpunkt är högst 0,5 ml, får mätcylindern användas utan volymskalibrering.

Om skillnaden är större än 0,5 ml, måste mätcylindern kalibreras med ett större antal kontrollpunkter (minst varannan ml). På grundval av denna kalibrering upprättas en korrektionskurva, som sedan används för korrektion av destillatmängden.