

ASFALTBELÄGGNING OCH -MASSA

Bestämning av bindemedels- och vattenhalt genom varmextraktion i Soxhletapparat

Bituminous pavement and mixture. Determination of binder and water content by extraction in Soxhlet apparatus.

1. ORIENTERING
2. SAMMANFATTNING
3. UTRUSTNING OCH KEMIKALIER
4. SÄKERHET
5. PROVBEREDNING
6. PROVNING
7. BERÄKNING
8. PRECISION, EVENTUELL UPPREPNING
9. RAPPORT

1. ORIENTERING

Denna metod är avsedd för bestämning av halten bindemedel och/eller halten vatten i en asfaltbeläggning eller -massa med bindemedel, som kan extraheras med xylene.

Vattenhalten i ett prov på asfaltbeläggning eller -massa kan bestämmas separat, om man för bestämning av bindemedelshalten hos vattenhaltiga massor använder en metod som inte skiljer mellan vatten och bindemedel. Därvid gäller att vattenhalten måste vara så låg att en ojämn fördelning av vattnet mellan analysproven ej får någon nämnvärd betydelse för bestämning av bindemedelshalten. En kombination av separat bestämning av vattenhalten med en metod som inte skiljer mellan vatten och bindemedel kan innebära tidsvinst.

Allmänna upplysningar om metoder för bestämning av bindemedelshalt ges i FAS Metod 401.

2. SAMMANFATTNING

Ett prov på beläggningen eller massan invägs i en provbehållare av metall-trådsnät och bindemedlet extraheras med varm xylene i en soxhletapparat (figur 1). Detta sker på så sätt att xylenen destilleras och destillatet får rinna ned i provbehållaren, insatt i extraktorn, som tömmer genom hävert var gång den blir full. Samtidigt sker en avdestillation av eventuellt vatten från provet och avskiljning i vattenfällan. Filler som passerat genom maskorna i provbehållarens nät och följt med xylenlösningen av bindemedlet till

destillationsblåsan tillvaratas genom centrifugering. Bindemedlets vikt för analysprovet erhålls genom att man från provets vikt subtraherar stenmaterialets och vattnets vikt. Normalt utförs två enskilda bestämningar.

Stenmaterialet kan efter extraktionen undersökas med avseende på kornstorleksfördelning, korndensitet m m.

3. UTRUSTNING OCH KEMIKALIER

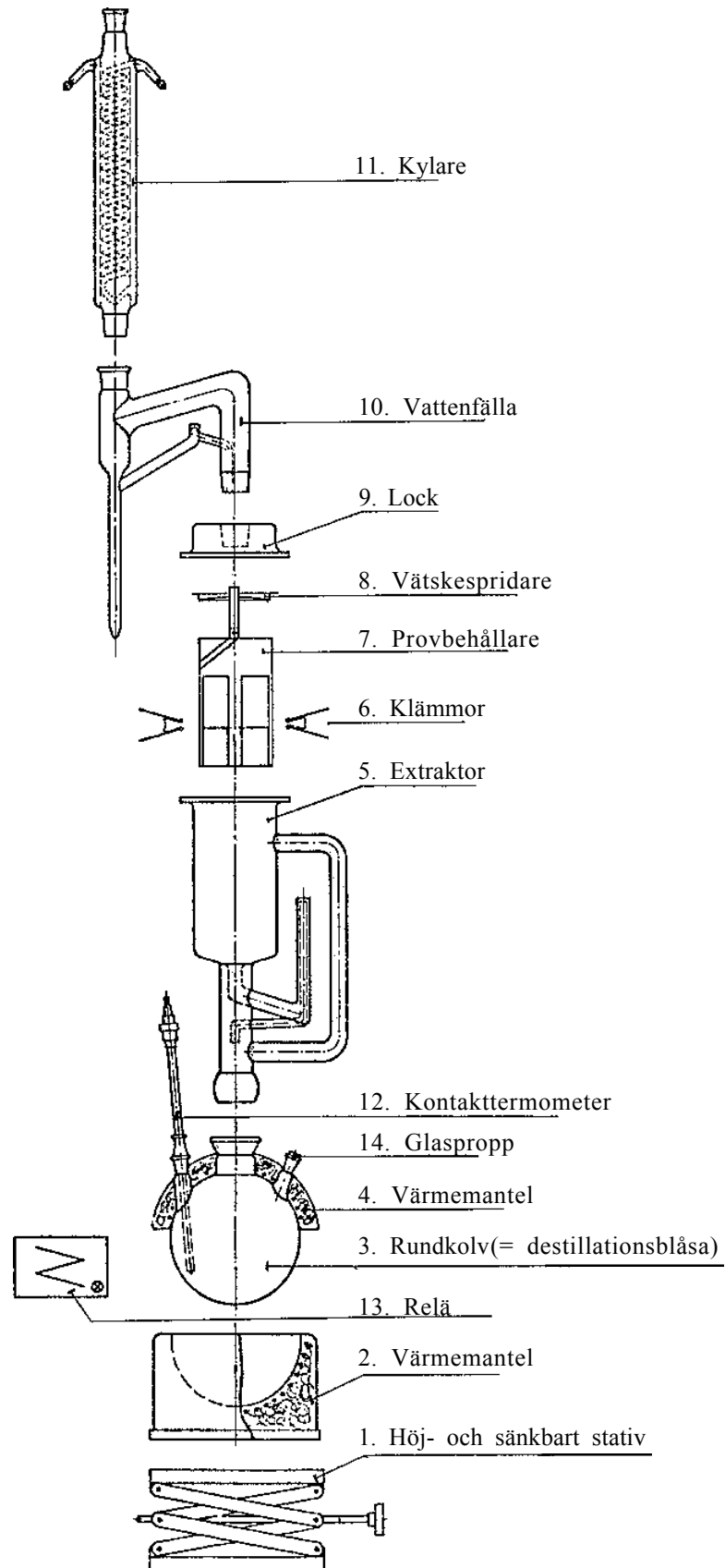
3.1 Soxhletapparat enligt figur 1 med följande detaljer:

1. Stativ med höj- och sänkbar platta, t ex typ Martin, och stativ med klämmare för montering av apparaturen (ej utsatt i figuren)
2. Värmemantel passande rundkolven (detalj 2) t ex Stabilag ca 1000 W (860 W)
3. Rundkolv, lämpligen rymmande 5 liter, figur 2
4. Värmemantel av typ toppmantel passande rundkolven, t ex Stabilag 300 W
5. Soxhletextraktor, figur 3
6. Klämmor, 3 st
7. Provbehållare med korg av nät, fri maskvidd 0,063 mm, figur 4
8. Vätskespridare, figur 5
9. Lock till extraktorn, figur 6
10. Vattenfälla med mätrör, figur 7. Mätröret kan vara försett med krav för tappning av vattnet. Sådant mätrör är att föredraga då vattenmängden kan förväntas bli större än 50 ml, t ex i fallet massa av emulsionsbetong.
11. Kylare, figur 8
12. Kontakttermometer som kan ställas in på 160°C och passar till rundkolvens sidotub med normalslipning B 24 (detalj 3, figur 2)
13. Relä av icke gnistbildande typ med signallampa
14. Glaspropp för tillslutning av rundkolvens sidotub med normalslipning B 19 (detalj 3, figur 2) under extraktionen.

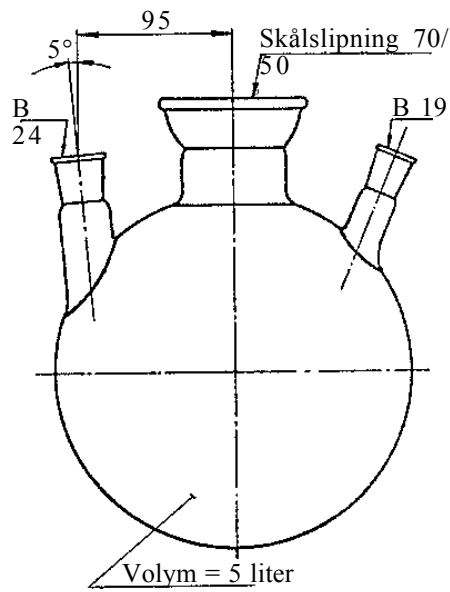
Alla i figurerna utsatta mått behöver icke iakttas. Vissa mått är dock kritiska för möjligheterna att utföra provningen på sätt som föreskrivs (5.2). Avvikelse från övriga mått kan medföra praktiska olägenheter. Detsamma gäller utformningen av vissa detaljer.

Samtliga glasdetaljer skall vara utförda av borosilikatglas eller glas av likvärdig kvalitet. Glasdetaljerna skall i bärande delar ha godstjockleken minst 2,5 mm då annat ej anges i figur och i övrigt godstjockleken minst 1,5 mm.

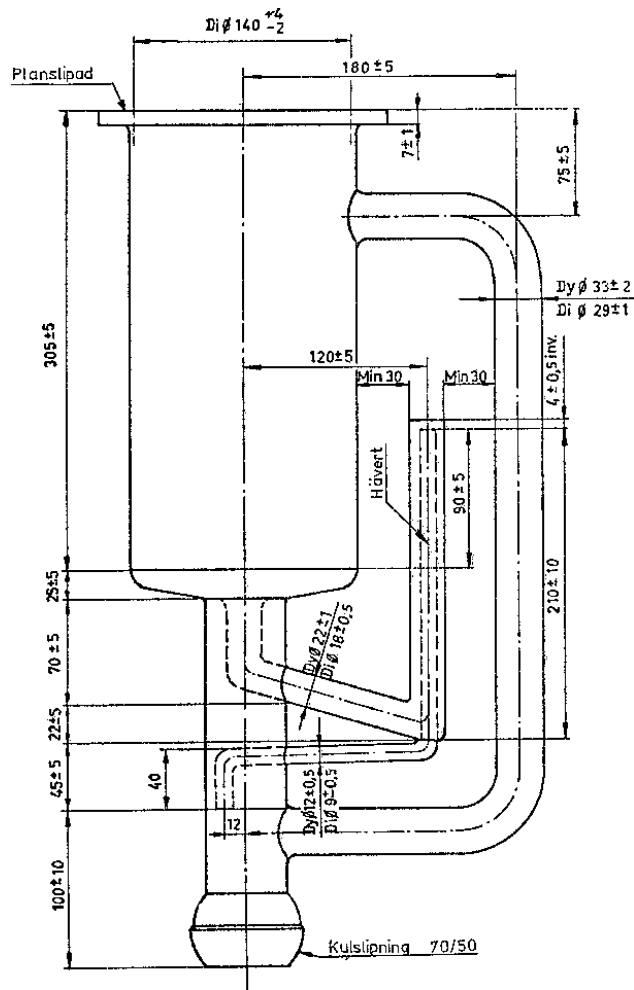
Extraktorn bör förses med värmeisolering.



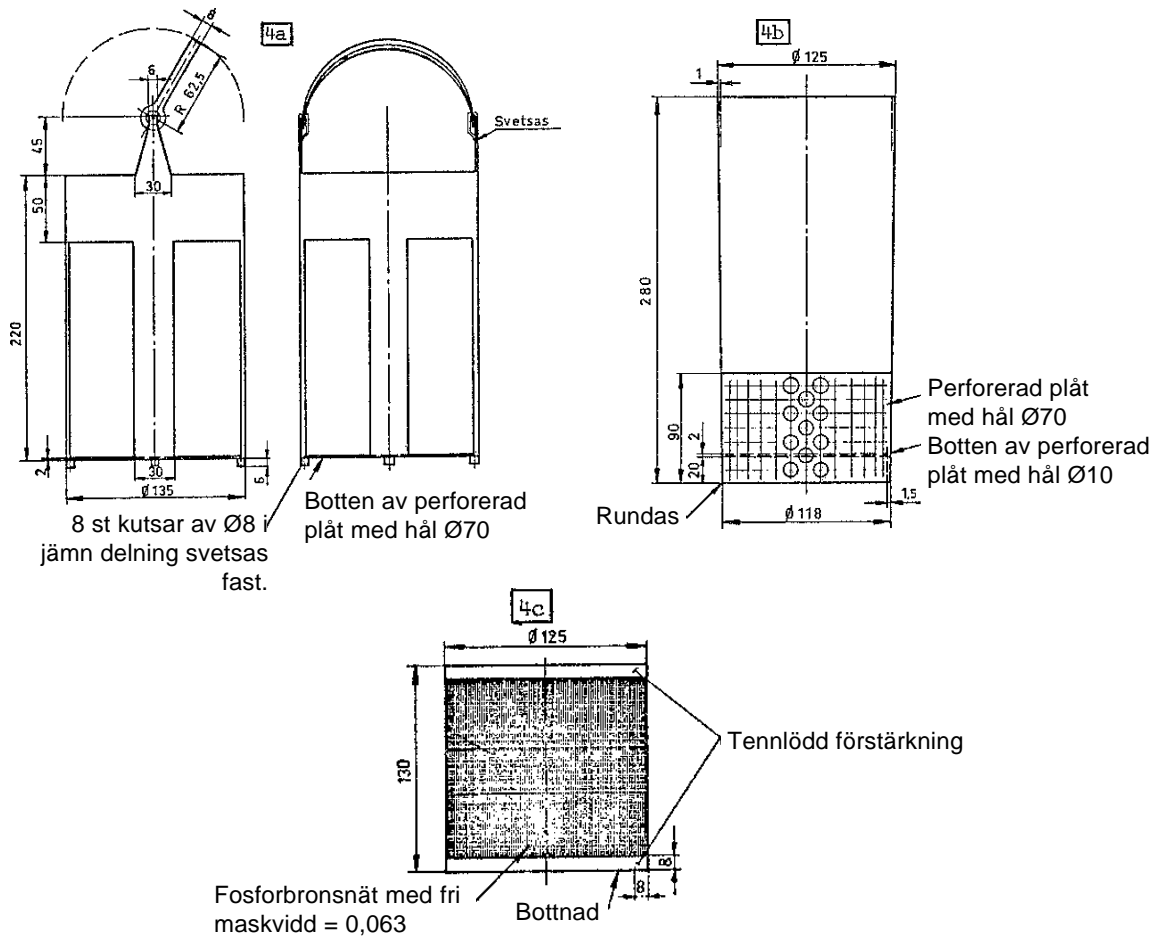
Figur 1. Soxhletapparat (samtliga glasdetaljer av borsilikatglas).



Figur 2. Rundkolv (B anger normalslipning).

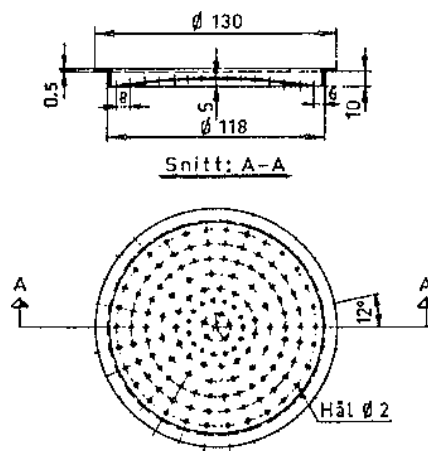


Figur 3. Extraktor

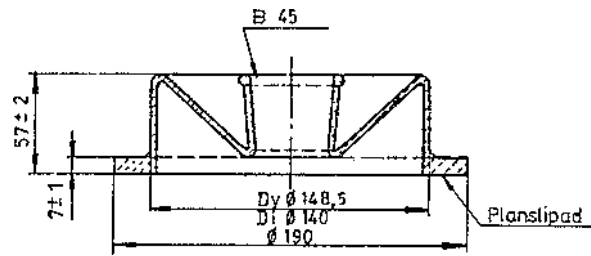


Figur 4. Provbehållare med följande detaljer:

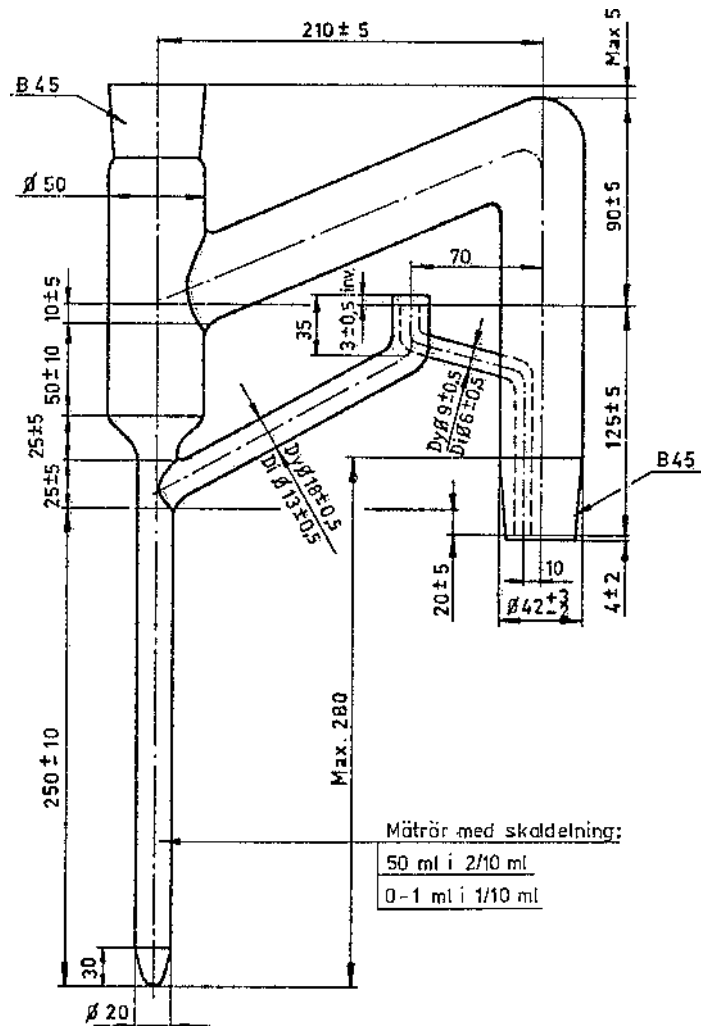
- 4a. Ytterbehållare av stål 2343 enligt SIS 14 23 43
- 4b. Innerbehållare av stål 2343 enligt SIS 14 23 43
- 4c. Nätkorg av brons 5428-02 enligt SIS 14 54 28



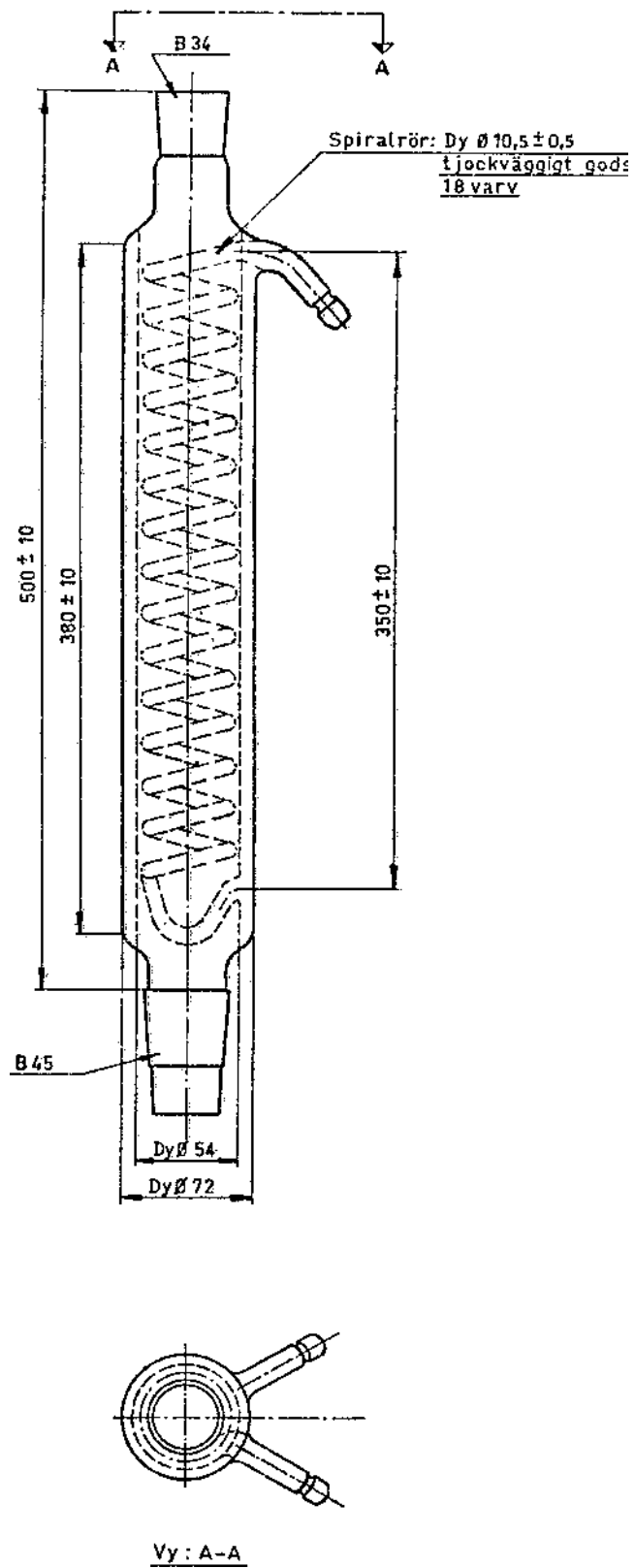
Figur 5. Vätskespridare av stål 2343 enligt SIS 13 23 43



Figur 6. Lock av borsilikatglas till extraktorn (B anger normalslipning).



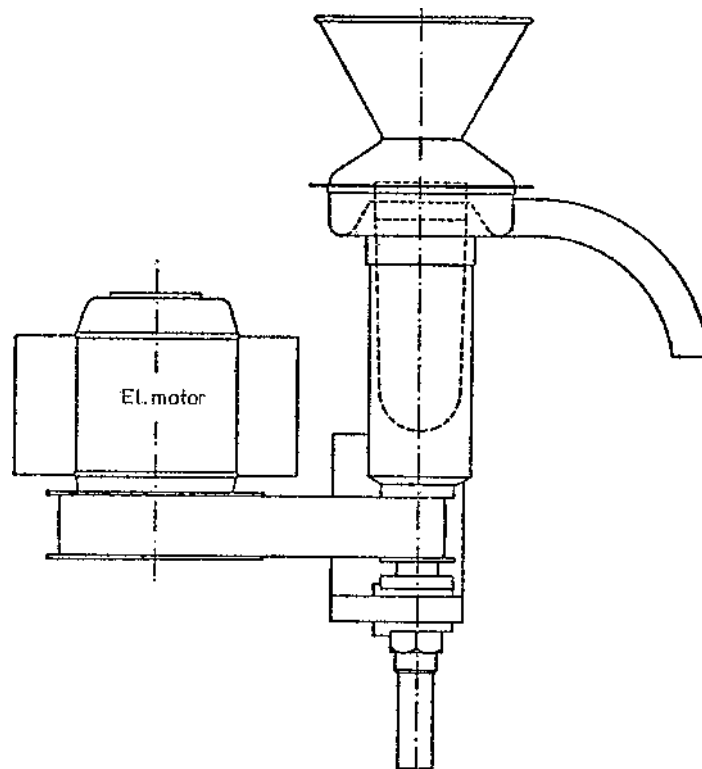
Figur 7. Vattenfälla med mätrör av borsilikatglas (B anger normalslipning).



Figur 8. Kylare av borosilikatglas (B anger normalslipning).

- 3.2 Tråg i vilket extraktionsapparaten skall vara placerad. Se FAS Metod 401, punkt 3.2.
- 3.3 Vakuumpump eller annan suganordning med anslutning passande till rundkolvens sidotub med normalslipning B 19 (3.1 detalj 3) att användas vid tömning av extraktorn efter avslutad extraktion.
- 3.4 Centrifug som medger tillfredsställande fillerseparering (maximalt 0,2 g filler får passera centrifugen), t ex Rodel och Derung från SMM, Spindel Motoren- und Maschinenfabrik AG, 8610 Uster, Schweiz.

Denna centrifug är utförd för kontinuerlig centrifugering. En schematisk bild av centrifugen ges i figur 9. Den har en vertikalt ställd hylsa, som kan rotera med hastigheten 9000 r/min. Hylsan tjänar som hållare för ett centrifugrör, i vilket centrifugeringen sker. Centrifugröret är svagt koniskt (är smalare nedtill än upptill), har rundad botten och är upptill försett med en liten inåtbockad kant. Vätskan som skall centrifugeras rinner ned i det roterande centrifugröret genom ett munstycke i påfyllningstratten. Vätskan pressas ut mot rörväggen och rinner upp efter väggen över kanten, slungas ut över denna och fångas upp i ett ringformat kärl, varifrån den rinner ned i en behållare. Det fina, i vätskan uppslammade stenmaterialet stannar kvar på centrifugrörets vägg.



Figur 9. Centrifug enligt Rodel och Derung

Anm. För att underlätta rengöringen av centrifugröret, kan man förfara enligt FAS Metod 401, bilagan.

- 3.5 Våg med onoggrannheten högst 0,3 g och avläsbarhet 0,1 g. För största prov behöver vågen ha kapaciteten 7 kg.
- 3.6 Torkskåp, anslutet till ventilationssystem och i explosionssäkert utförande. Skåpet skall kunna ställas in på temperaturer upp till 180°C.
- 3.7 Sprutflaska (för xylen), lämplig volym 1 liter.
- 3.8 Rostfria skålar, lämpligen 1 st på 5 liter (se FAS Metod 401, punkt 3.2) och 1 st på 1 liter.
- 3.9 Neddelningsverktyg, t ex murslev eller spackelspade.
- 3.10 Flaskborste för borttagning av filler från extraktorn efter extraktionen.
- 3.11 Liten hårpensel till hjälp vid överföring av filler.
- 3.12 Kransmörjmedel för glasapparatur.
- 3.13 Vattenfri xylen, teknisk kvalitet.

4. SÄKERHET

Xylen är klassat som hälsofarligt och brandfarligt ämne. Säkerhetsaspekter ges i FAS Metod 401.

5. PROVBEDNING

Allmänna anvisningar om beredning av provet ges i FAS Metod 416.

5.1 Beläggning

Analysprovets storlek och antal skall normalt överensstämma med det som anges under punkt 5.2 för massa.

5.2 Massa

Erforderlig storlek på analysproven beror av massans största kornstorlek enligt tabell 1.

Vid mycket fillerrika massor skall hänsyn tas till fillercentrifugens kapacitet så att denna ej överskrids.

Tabell 1

Största kornstorlek, mm	Minsta vikt hos analysprov, g
4	450
6	650
8	850
11	1150
16	1500
22	2000
32	3000

Vid bestämning av kornstorleksfördelning hos extraherade asfaltmassor med ensartad sammansättning, ex vis ABS, kan det vara lämpligt att använda kompletterande maskvidder som 9,5 mm och 14,0 mm.

Normalt undersöks minst två analysprov.

6. PROVNING

6.1 Vägning, allmänt

Avläs vågen på 0,1 g när.

6.2 Invägning och varmextraktion

Väg provbehållaren. För in analysprovet i provbehållaren. Väg analysprovet och provbehållaren tillsammans.

Placera provbehållaren med analysprovet i Soxhletapparatens extraktor. Smörj samtliga glasslipningar med måttlig mängd kransmörjmedel. Kontrollera att rundkolven är fri från skador (av säkerhetsskäl). Sätt ihop kolven och extraktorn. Förse kolven med kontakttermometern, inställd på 160°C, och glasproppen. Anslut kontakttermometern till reläet, vilket i sin tur är kopplat till värmemantlarna. Kombinationen relä-kontakttermometer fungerar som överhettningsskydd.

Fyll på xylen försiktigt över analysprovet i extraktorn tills häverten träder i funktion. Den bildade lösningen av bindemedel i xylen överförs därvid till rundkolven. Fyll därefter på ytterligare 0,5 liter xylen. Normalt åtgår ca 2,5 liter xylen.

Lägg vätskespridaren över provbehållaren och färdigmontera apparaten.

Släpp på kylvattnet och kontrollera vattengenomgången i kylaren. Slå till reläets manöverspänning. Normalt sker första häverttömningen av extraktorn efter 20–30 min. Om relälampan slocknar under extraktionen, har temperaturen i kolven överstigit den inställda. I detta fall slår man från reläets manöverspänning och apparaten får svalna, varefter xylen tillsätts så att häverten tömmer extraktorn. Reläets manöverspänning slås till och extraktionen fortsätts.

Extraktionen skall fortgå tills xylen i häverttröret ej längre är missfärgad av bindemedel. Vidare skall avskiljningen av vatten ha avstannat. Slå då från reläets manöverspänning. Låt apparaten svalna under ca 10 min.

Om vattenmängden under extraktionen förefaller bli för stor för mättröret, avbryt extraktionen. Sätt in ny vattenfälla. Slutför extraktionen enligt ovan.

Spola kylaren fri från vattendroppar med xylen från en sprutflaska och avlägsna den från vattenfällan. Riv loss de vattendroppar som fastnat på fällans (ev fällornas) väggar. Avläs vattenmängden.

Avlägsna vattenfällan och locket från extraktorn. Lyft därefter upp provbehållaren ur extraktorn och avlägsna vätskespridaren. Det är lämpligt att först låta det mesta av xylen rinna ur behållaren och ned i extraktorn. Placera provbehållaren i en rostfri skål och spola in- och utvändigt med xylen från en sprutflaska. Observera om xylen missfärgas av bindemedel. Om så sker, fortsätt tvättningen tills denna missfärgning upphört. I extrema fall måste behållaren åter placeras i extraktorn och extraktionen återupptas.

Centrifugera enligt 6.3 den i skålen befintliga xylenen, som innehåller filler. Placera åter provbehållaren med det tvättade stenmaterialet i skålen och sätt in den i torkskåpet (6.4).

Borsta och spruta loss i extraktorn kvarvarande filler med hjälp av flaskborsten och sprutflaska. Tillslut därefter ångrörets övre del med en propp, och sätt rundkolven under svagt vakuum, tills häverten tömmer extraktorn.

Upprepa förfarandet tills allt filler i extraktorn tillförts rundkolven. Centrifugera det i denna samlade materialet av lösning och filler (6.3).

6.3 Centrifugering

Väg centrifugröret. Placera centrifugröret i centrifugens rörhållare. Spänn fast centrifugens lock och påfyllningstratt. Starta centrifugen. När centrifugen uppnått full hastighet, håll materialet från tvättningen av provbehållaren och materialet från rundkolven försiktigt ned i påfyllningstratten. Härvid bör bl a av säkerhetsskäl en skål, väl rymmande kolvinnehållet, stå under kolven.

Avpassa tillflödet av vätska till centrifugröret så att maximalt 0,4 % av fillermängden passerar centrifugen. Tillflödet bör med ifrågavarande centrifug (3.4) vara maximalt ca 130 ml/min och regleras genom ett munstycke i avloppsröret på centrifugens påfyllningstratt.

Tvätta kärnen med xylen tills allt filler överförs i påfyllningstratten. Då allt filler spolats genom påfyllningstratten, skölj med ytterligare 0,5 liter xylen. Stoppa centrifugen när xylen slutat rinna ur avloppsröret. Sätt in centrifugröret i torkskåpet (6.4).

Vid misstanke om att allt filler ej avsätts i centrifugröret, förfar enligt FAS Metod 401, punkt 6.

6.4 Torkning

Torka provbehållaren, som får stå i skålen, och centrifugröret vid 160-180°C.

Torktiden är beroende av bl a provets storlek och kornstorleksfördelning. Normalt krävs 1 à 2 timmars torktid. Torkningen skall pågå tills konstant vikt erhållits och får ej avbrytas om lukt av lösningsmedel förnimmes.

6.5 Vägning

Överför filler i skålen till provbehållaren med hjälp av hårpenseln.

Väg provbehållaren och centrifugrör med innehåll inom två timmar och vid temperatur mindre än 80°C. Se FAS Metod 401, punkt 4.

7. BERÄKNING

7.1 Beräkna *bindemedelshalten* hos torrt analysprov enligt följande:

$$B = 100 (1 - m_s / m_t)$$

där B = bindemedelshalten i vikt-% med två decimaler

$$m_t = \text{vikt av torrt analysprov i g} = m_i - m_v$$

$$m_i = \text{vikt av analysprov i g}$$

$$m_s = \text{totalt erhållen vikt av stenmaterial i g}$$

$$m_v = \text{erhållen vikt av vatten i g (= ml vatten)}$$

7.2 Beräkna *vattenhalten* ur uttrycket

$$w = 100 m_v / m_i$$

där w = vattenhalt i vikt-% med två decimaler, beräknad på invägt analysprov.

8. PRECISION, EVENTUELL UPPREPNING

8.1 Bestämning av bindemedelshalten

Godtag värdena om skillnaden i bindemedelshalt mellan två analysprov ej överstiger 0,20 procentenheter.

Om skillnaden är större, undersök ytterligare två analysprov. Beräkna därefter standardavvikelsen på grundval av samtliga bestämningar. Stryk eventuella extremdata enligt FAS Metod 015, om standardavvikelsen är större än 0,15 procentenheter. Beräkna aritmetiska medelvärdet ur samtliga godtagna värden.

8.2 Bestämning av vattenhalten

Om *bestämning av vattenhalten är ett led i bestämningen av bindemedelshalten* med hjälp av en metod som icke skiljer mellan vatten och bindemedel, får skillnaden i vattenhalt mellan två analysprov ej bli större än 0,10 procentenheter. Om skillnaden skulle bli större, förkasta kombinationen av metoder. Då måste bindemedelshalten bestämmas antingen enligt en metod, som medger samtidig bestämning av vattenhalt och bindemedelshalt (t ex denna metod) eller genom att provet analyseras i vattenfritt tillstånd.

Vid *bestämning av vattenhalten utan koppling till bindemedelshalten*, godta värdena, om skillnaden i vattenhalt mellan två analysprov ej överstiger 0,20 procentenheter.

Om skillnaden är större, undersök ytterligare två analysprov. Beräkna därefter standardavvikelsen på grundval av samtliga bestämningar. Stryk eventuella extremdata enligt FAS Metod 015, om standardavvikelsen är större än 0,15 procentenheter.

Beräkna aritmetiska medelvärdet ur samtliga godtagna värden.

9. RAPPORT

Rapportera

- a) att provning utförts enligt denna metod
- b) bindemedelshalt, medelvärde avrundat till en decimal
- c) vattenhalt, om denna uppgift efterfrågas, medelvärde avrundat till en decimal