

DIN EN 12697-1

ICS 93.080.20

Einsprüche bis 2019-01-09
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN 12697-1:2012-09

Entwurf

**Asphalt –
Prüfverfahren –
Teil 1: Löslicher Bindemittelgehalt;
Deutsche und Englische Fassung prEN 12697-1:2018**

Bituminous mixtures –
Test methods –
Part 1: Soluble binder content;
German and English version prEN 12697-1:2018

Mélanges bitumineux –
Méthodes d'essai –
Partie 1: Teneur en bitume;
Version allemande et anglaise prEN 12697-1:2018

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2018-11-09 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Norm von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses Entwurfs besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal von DIN unter www.din.de/go/entwuerfe bzw. für Norm-Entwürfe der DKE auch im Norm-Entwurfs-Portal der DKE unter www.entwuerfe.normenbibliothek.de, sofern dort wiedergegeben;
- oder als Datei per E-Mail an nabau@din.de möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/go/stellungnahmen-norm-entwuerfe oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder in Papierform an den DIN-Normenausschuss Bauwesen (NABau), 10772 Berlin, Burggrafenstr. 6, 10787 Berlin.

Die Empfänger dieses Norm-Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevanten Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 104 Seiten

DIN-Normenausschuss Bauwesen (NABau)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN 12697-1:2018) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 227 „Straßenbaustoffe“ erarbeitet, dessen Sekretariat von BSI (Vereinigtes Königreich) gehalten wird.

Das zuständige deutsche Gremium ist der Arbeitsausschuss NA 005-10-10 AA „Asphalt (SpA zu CEN/TC 227/WG 1) Gemeinschaftsausschuss mit FGSV“ im DIN-Normenausschuss Bauwesen (NABau).

Um Zweifelsfälle in der Übersetzung auszuschließen, ist die englische Originalfassung beigelegt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen Text.

Für die in diesem Dokument zitierten Internationalen Normen wird im Folgenden auf die entsprechenden Deutschen Normen hingewiesen:

ISO 3310-1	siehe DIN ISO 3310-1
ISO 3310-2	siehe DIN ISO 3310-2
ISO 5725-1	siehe DIN ISO 5725-1
ISO 5725-2	siehe DIN ISO 5725-2

Änderungen

Gegenüber DIN EN 12697-1:2012-09 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) der Reihentitel gibt nicht länger an, dass sich die Verfahren ausschließlich auf Heißasphalt beziehen;
- b) redaktionelle Aktualisierung nach aktueller Standardvorlage [allgemein];
- c) Beschleunigung wurde zu $25\,000\text{ m/s}^2$ geändert aus Gründen der Übereinstimmung mit EN 12697-3 [B.2.1.1.1];
- d) Kapazität der Glüschale geklärt: **Glüschale** mit einem Fassungsvermögen von wenigstens $125 \times 10^3\text{ mm}^3$ [C.2.1.5].

Nationaler Anhang NA
(informativ)

Literaturhinweise

DIN ISO 3310-1, *Analysensiebe — Technische Anforderungen und Prüfung — Teil 1: Analysensiebe mit Metalldrahtgewebe*

DIN ISO 3310-2, *Analysensiebe — Technische Anforderungen und Prüfung — Teil 2: Analysensiebe mit Lochblechen*

DIN ISO 5725-1, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 1: Allgemeine Grundlagen und Begriffe*

DIN ISO 5725-2, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 2: Grundlegende Methode für Ermittlung der Wiederhol- und Vergleichspräzision eines vereinheitlichten Messverfahrens*

— Leerseite —

Asphalt — Prüfverfahren — Teil 1: Löslicher Bindemittelgehalt

Mélanges bitumineux — Méthodes d'essai — Partie 1 : Teneur en bitume

Bituminous mixtures — Test methods — Part 1: Soluble binder content

ICS: 93.080.20

Deskriptoren

Dokument-Typ: Europäische Norm
Dokument-Untertyp:
Dokument-Stage: CEN-Umfrage
Dokument-Sprache: D

STD Version 2.9d

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	4
Einleitung	5
1 Anwendungsbereich	6
2 Normative Verweisungen	6
3 Begriffe	6
4 Vorbereitung von Laborproben aus Asphalt	8
5 Bestimmung des Bindemittelgehaltes	8
5.1 Kurzbeschreibung	8
5.2 Extraktion des Bindemittels	8
5.3 Rückgewinnung der Mineralstoffe	9
5.4 Bindemittelgehalt	10
5.5 Berechnung und Auswertung der Ergebnisse	10
6 Trocknen bis zur Massekonstanz	12
6.1 Allgemeines	12
6.2 Geräte	12
6.3 Durchführung	12
7 Angabe der Ergebnisse	12
7.1 Ergebnisse	12
7.2 Prüfbericht	13
8 Präzisionsdaten	13
8.1 Allgemein	13
8.2 Präzision — Berechnungsbeispiel 1	13
8.3 Präzision — Berechnungsbeispiel 2	14
8.4 Präzision — Berechnungsbeispiel 3	15
8.5 Präzision — Berechnungsbeispiel 4	15
Anhang A (informativ) Leitfaden zur Bestimmung des Bindemittelgehaltes	16
A.1 Auswertung der Ergebnisse	16
A.2 Einfluss des Wassergehaltes	17
A.3 Auswahl der Prüfeinrichtung und der Arbeitsschritte	17
A.4 Bestimmung des Gesamtbindemittelgehaltes	17
Anhang B (normativ) Verwendung der Prüfeinrichtungen zur Bestimmung des Bindemittelgehaltes	19
B.1 Extraktion des Bindemittels	19
B.1.1 Heißextraktor (Papierfilter)	19
B.1.2 Heißextraktor (Drahtsiebfilter)	24
B.1.3 Soxhlet-Extraktor	25
B.1.4 Flaschenzentrifuge	28
B.1.5 Zentrifugenextraktor	30
B.1.6 Kaltextraktion durch Schüttelbewegung	33
B.2 Rückgewinnung der Mineralstoffe	34
B.2.1 Durchflusszentrifuge	34
B.2.2 Druckfilter	36
B.2.3 Becherwerkzentrifuge — Typ 1	37

B.2.4	Becherwerkzentrifuge – Typ 2	39
B.3	Löslicher Bindemittelgehalt.....	39
B.3.1	Ermittlung des löslichen Bindemittelgehaltes durch Rückgewinnung aus einem Teil der Bindemittellösung und Berechnung des Volumens.....	39
B.3.2	Ermittlung des löslichen Bindemittelgehaltes durch Rückgewinnung aus einem Teil der Bindemittellösung und Berechnung der Masse	42
Anhang C (normativ) Bestimmung der restlichen mineralischen Stoffe im Bindemittelextrakt durch Veraschung		43
C.1	Allgemeines	43
C.2	Verfahren 1	43
C.2.1	Geräte.....	43
C.2.2	Reagens	43
C.2.3	Durchführung	43
C.3	Verfahren 2	44
C.3.1	Geräte.....	44
C.3.2	Durchführung	44
Anhang D (informativ) Leitfaden zur Bestimmung des löslichen Bindemittelgehaltes von Mischgütern mit polymermodifizierten Bindemitteln.....		46
D.1	Allgemeines	46
D.2	Vorbereitung von Laborproben aus Asphalt.....	46
D.3	Bestimmung des Bindemittelgehaltes	46
D.3.1	Kurzbeschreibung der Prüfung.....	46
D.3.2	Extraktion des Bindemittels.....	46
D.3.3	Rückgewinnung der Mineralstoffe.....	48
D.3.4	Bindemittelmenge.....	49
D.3.5	Berechnung und Auswertung der Ergebnisse	49
D.4	Trocknen bis zur Massekonstanz.....	49
D.5	Angabe der Ergebnisse.....	49
D.6	Präzisionsdaten	49
Literaturhinweise.....		51

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN 12697-1:2018) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 227 „Straßenbaustoffe“ erarbeitet, dessen Sekretariat von BSI gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur CEN-Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wird EN 12697-1:2012 ersetzen.

Gegenüber EN 12697-1:2012 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- der Reihentitel gibt nicht länger an, dass sich die Verfahren ausschließlich auf Heißasphalt beziehen;
- Redaktionelle Aktualisierung nach aktueller Standardvorlage [allgemein];
- Beschleunigung wurde zu $25\,000\text{ m/s}^2$ geändert aus Gründen der Übereinstimmung mit EN 12697-3 [B.2.1.1.1];
- Kapazität der Glüschale geklärt: **Glüschale** mit einem Fassungsvermögen von wenigstens $125 \times 10^3\text{ mm}^3$ [C.2.1.5].

Eine Liste aller Teile der Normenreihe EN 12697 kann auf der CEN-Internetseite abgerufen werden.

WARNUNG — Das in dieser Europäischen Norm beschriebene Prüfverfahren kann die Anwendung von Dichlormethan (Methylenchlorid), 1,1,1-Trichlorethan, Benzen, Trichlorethylen, Xylen, Toluol, Perchlorethylen (Tetrachlorethylen) oder sonstigen zur Lösung von Bitumen geeigneten Lösemitteln erfordern. Diese Lösemittel sind gesundheitsgefährdend und unterliegen den in den jeweils gültigen Gesetzen und Rechtsvorschriften festgelegten Grenzwerten für die Belastung am Arbeitsplatz.

Diese Grenzwerte beziehen sich sowohl auf den Umgang mit dem Lösemittel als auch darauf, dass eine Lüftung vorzusehen ist, und es wird darauf hingewiesen, dass Personen, die diese Substanzen anwenden, entsprechend eingewiesen werden sollten.

Einleitung

Diese Europäische Norm beschreibt einen vereinheitlichten Ansatz für die Untersuchung von Asphalt, der geringfügige Abweichungen in den Einzelheiten der von den einzelnen Laboratorien angewendeten Verfahren zulässt. In Abschnitt 5 dieser Europäischen Norm werden die grundlegenden Arbeitsschritte des Prüfverfahrens beschrieben, mit dem eine genaue Bestimmung des Bindemittelgehaltes von Asphalt möglich ist. Anhang A und Bild A.1 geben eine Anleitung für das Prüfverfahren, während in Anhang B alternative Prüfeinrichtungen beschrieben werden, die für die Durchführung bestimmter Teile des Prüfverfahrens ebenfalls geeignet sind. Obwohl die Geräte zur Rückgewinnung von mineralischem Füller aus der nach der Extraktion anfallenden Bindemittellösung so wirkungsvoll sind, dass die in Abschnitt 8 beschriebene Präzision der Prüfung nicht beeinflusst werden sollte, wird in Anhang C ein Verfahren zur Bestimmung der Menge der restlichen Mineralstoffe im Extrakt festgelegt, das im Zweifelsfall anzuwenden ist.

Es ist zulässig, andere als die in Anhang B und Anhang C beschriebenen Prüfverfahren und Prüfeinrichtungen, einschließlich automatischer Geräte, anzuwenden, sofern nachgewiesen ist, dass sie innerhalb der Präzision dieses Dokuments zu Ergebnissen führen, die den nach Anhang B oder Anhang C erhaltenen Ergebnissen entsprechen. Anhang D enthält eine Anleitung zur Bestimmung des löslichen Bindemittelgehalts von Mischgütern mit polymermodifizierten Bindemitteln.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument beschreibt Prüfverfahren zur Bestimmung des löslichen Bindemittelgehaltes in Proben aus Asphalt.

Die beschriebenen Prüfverfahren sind zur Qualitätskontrolle während der Herstellung des Mischgutes sowie zur Überprüfung der Übereinstimmung mit einer Produktspezifikation geeignet.

Zur Untersuchung von Mischgut, das modifizierte Bindemittel enthält, sollten die Hinweise in Anhang D beachtet werden.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente werden im Text in solcher Weise in Bezug genommen, dass einige Teile davon oder ihr gesamter Inhalt Anforderungen des vorliegenden Dokuments darstellen. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

EN 12697-3, *Asphalt — Prüfverfahren für Heißasphalt — Teil 3: Rückgewinnung des Bindemittels: Rotationsverdampfer*

EN 12697-4, *Asphalt — Prüfverfahren für Heißasphalt — Teil 4: Rückgewinnung des Bindemittels: Fraktionierkolonne*

EN 12697-14, *Asphalt — Prüfverfahren für Heißasphalt — Teil 14: Wassergehalt*

EN 12697-28, *Asphalt — Prüfverfahren für Heißasphalt — Teil 28: Vorbereitung von Proben zur Bestimmung des Bindemittelgehaltes, des Wassergehaltes und zur Korngrößenbestimmung*

EN 933-1, *Prüfverfahren für geometrische Eigenschaften von Gesteinskörnungen — Teil 1: Bestimmung der Korngrößenverteilung — Siebverfahren*

ISO 3310-1, *Test sieves — Technical requirements and testing — Part 1: Test sieves of metal wire cloth*

ISO 3310-2, *Test sieves — Technical requirements and testing — Part 2: Test sieves of perforated metal plate*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

ISO und IEC stellen terminologische Datenbanken für die Verwendung in der Normung unter den folgenden Adressen bereit:

— IEC Electropedia: unter <http://www.electropedia.org/>

— ISO Online Browsing Platform: unter <http://www.iso.org/obp>

3.1

löslicher Bindemittelgehalt

Anteil des extrahierten Bindemittels als Massenanteil in Prozent in einer wasserfreien Probe bestimmt durch Extraktion des Bindemittels aus der Probe

Anmerkung 1 zum Begriff: Im Anschluss an die Extraktion kann das Bindemittel zurückgewonnen werden.

3.2

unlöslicher Bindemittelgehalt

Anteil des Bindemittels in Massenanteile in Prozent, das nach der Extraktion an den Gesteinskörnern haftet

3.3

Präzision

Maß der Übereinstimmung voneinander unabhängiger Prüfergebnisse, die unter festgelegten Bedingungen ermittelt werden

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Präzision hängt nur von der Verteilung zufälliger Abweichungen ab und steht in keiner Beziehung zum wahren Wert oder zum festgelegten Wert.

Anmerkung 2 zum Begriff: Das Maß der Präzision wird in der Regel als Maß der Nichtübereinstimmung angegeben und als Standardabweichung der Prüfergebnisse berechnet. Eine geringere Präzision wird durch eine größere Standardabweichung repräsentiert.

Anmerkung 3 zum Begriff: Als „voneinander unabhängige Prüfergebnisse“ werden Prüfergebnisse bezeichnet, die in keiner Art und Weise von einem früheren Prüfergebnis der gleichen oder derselben Messprobe beeinflusst sind. Quantitative Angaben zur Präzision sind in hohem Maße von den festgelegten Versuchsbedingungen abhängig. Wiederhol- und Vergleichbedingungen sind spezielle Festlegungen der Extrembedingungen.

3.4

Wiederholpräzision

Präzision unter Wiederholbedingungen

3.5

Wiederholbedingungen

Bedingungen, bei denen voneinander unabhängige Prüfergebnisse nach demselben Prüfverfahren an identischem Probenmaterial unter denselben Bedingungen (derselbe Beobachter, dieselben Prüfeinrichtungen, dasselbe Laboratorium und kurzer Zeitabstand zwischen den Prüfungen) ermittelt werden

3.6

Wiederholgrenze

Wert, der mit einer Wahrscheinlichkeit von 95 % für die maximale absolute Differenz zwischen zwei unter Wiederholbedingungen erhaltenen Prüfergebnissen zu erwarten ist

Anmerkung 1 zum Begriff: Das für die Wiederholgrenze verwendete Symbol ist r .

3.7

Vergleichpräzision

Präzision unter Vergleichbedingungen

3.8

Vergleichbedingungen

Bedingungen, bei denen Prüfergebnisse nach demselben Prüfverfahren an identischem Probenmaterial, aber unter unterschiedlichen Bedingungen (verschiedene Beobachter, verschiedene Prüfeinrichtungen, verschiedene Laboratorien) ermittelt werden

3.9

Vergleichgrenze

Wert, der mit einer Wahrscheinlichkeit von 95 % für die maximale absolute Differenz zwischen zwei unter Vergleichbedingungen erhaltenen Prüfergebnissen zu erwarten ist

Anmerkung 1 zum Begriff: Das für die Vergleichgrenze verwendete Symbol ist R .

3.10

Einzel-Prüfergebnis

Wert, der bei einmaliger vollständiger Anwendung des genormten Prüfverfahrens auf eine Einzelprobe ermittelt wird

Anmerkung 1 zum Begriff: Das Einzel-Prüfergebnis kann entsprechend den Festlegungen des genormten Prüfverfahrens entweder der Mittelwert aus zwei oder mehr Beobachtungen oder das Ergebnis einer Berechnung für eine Reihe von Beobachtungen sein

4 Vorbereitung von Laborproben aus Asphalt

Laborproben sind nach EN 12697-28 so vorzubereiten, dass aus ihnen geeignete Messproben zu gewinnen sind.

5 Bestimmung des Bindemittelgehaltes

5.1 Kurzbeschreibung

Das Prüfverfahren zur Bestimmung des Bindemittelgehaltes einer nach Abschnitt 4 vorbereiteten Messprobe aus Asphalt umfasst in der Regel folgende grundlegende Arbeitsschritte:

- a) Extraktion des Bindemittels durch Herauslösen mit heißem oder kaltem Lösemittel;
- b) Rückgewinnung der Gesteinskörnungen aus der Bindemittellösung;
- c) Bestimmung des Bindemittelgehaltes durch Differenzverfahren oder Rückgewinnung des Bindemittels;
- d) Berechnung des löslichen Bindemittelgehaltes.

ANMERKUNG 1 Die Folge von Arbeitsschritten und die Wahl der Prüfverfahren sind in Bild A.1 angegeben.

Falls damit zu rechnen ist, dass die Laborprobe Wasser enthält, sollte sie entweder bis zur Massekonstanz (siehe Abschnitt 6) getrocknet werden oder der Wassergehalt kann nach dem in EN 12697-14 beschriebenen Verfahren bestimmt werden oder die Probe kann nach EN 12697-28 behandelt werden.

ANMERKUNG 2 Alle Prüfverfahren sowie alle Prüfeinrichtungen, die sich auf die in Bild A.1 dargestellten Arbeitsschritte beziehen, sind in gleicher Weise geeignet. Es dürfen auch andere Prüfeinrichtungen und Prüfverfahren, einschließlich Verfahren ohne Extraktion, angewendet werden. Es ist nachzuweisen, dass die Genauigkeit und Präzision dieser Verfahren nicht geringer ist als die Genauigkeiten und Präzisionen der explizit in Bild A.1 genannten Verfahren.

5.2 Extraktion des Bindemittels

5.2.1 Lösemittel

Für die Prüfverfahren nach dieser Europäischen Norm sind Lösemittel zum Herauslösen von Bitumen erforderlich. In einigen Fällen wird die Lösung destilliert, um das Bitumen vollständig oder teilweise zurückzugewinnen.

ANMERKUNG Gegenwärtig sind alle Lösemittel auf Kohlenwasserstoffbasis in unterschiedlichem Maße als „gefährdend“ und „umweltschädigend“ anzusehen.

Solange es innerhalb des CEN für die Anwendung von Lösemitteln auf Kohlenwasserstoffbasis keine einheitlichen Vereinbarungen gibt, sollte jeder Mitgliedstaat unter Berücksichtigung des Montrealer Protokolls und der eigenen Gesetzgebung festlegen, welches Lösemittel zu bevorzugen ist (siehe auch „Warnung“ im Vorwort).

Trichlorethylen sollte in verschlossenen Flaschen oder Kanistern gegen UV-Strahlung geschützt gelagert werden.

Wenn Trichlorethylen durch Destillation zur Wiederverwendung zurückgewonnen wird, sollte darauf geachtet werden, dass die Lösung weiterhin die entsprechenden Anforderungen erfüllt. Um Säurebildung vorzubeugen, ist es hilfreich, das Lösemittel über Calciumoxid in dunklen Glas- oder Metallbehältern aufzubewahren.

5.2.2 Geräte

Die Geräte sollten kalibriert und rückverfolgbar sein.

5.2.2.1 Präzisionswaage mit einer Fehlergrenze von 0,05 % Massenanteil der Messprobe.

5.2.2.2 Gerät zur Bindemittlextraktion entsprechend den jeweils zutreffenden Anforderungen nach B.1.

5.2.3 Durchführung

5.2.3.1 Die Laborprobe ist nach EN 12697-28 vorzubereiten, um eine geeignete Messprobe zu erhalten.

ANMERKUNG Zur Bestimmung des Bindemittelgehaltes nach dem Differenzverfahren siehe Anhang A.

5.2.3.2 Die Messprobe ist mit einer Fehlergrenze von 0,05 % der entnommenen Masse zu wiegen und nach den jeweils zutreffenden Anforderungen nach B.1 in das Gerät zur Bindemittlextraktion zu überführen.

5.2.3.3 Das Verfahren zur Extraktion des Bindemittels muss so wirksam sein, dass nach der Extraktion kein lösliches Bindemittel an den Gesteinskörnern haften bleibt.

ANMERKUNG In einigen Fällen kann es schwierig sein, alle Spuren des an der Gesteinskörnung haftenden Bindemittels zu lösen (siehe A.4).

5.3 Rückgewinnung der Mineralstoffe

5.3.1 Geräte

5.3.1.1 Trockenschalen, die ohne Beschädigung oder Veränderung der Masse erhitzt werden können und zum Trocknen der zurückgewonnenen Gesteinskörnungen dienen.

5.3.1.2 Gerät zur Rückgewinnung des mineralischen Füllers aus der Bindemittellösung entsprechend den jeweils zutreffenden Anforderungen des aus B.2 gewählten Verfahrens.

5.3.2 Durchführung

5.3.2.1 Die nach dem in 5.2 beschriebenen Prüfverfahren anfallende Bindemittellösung ist zu sammeln und anschließend ist nach den jeweils zutreffenden Anforderungen des aus B.2 gewählten Verfahrens fortzufahren.

5.3.2.2 Das Prüfverfahren zur Rückgewinnung des mineralischen Füllers aus der Bindemittellösung muss so wirksam sein, dass bei einer Bestimmung nach Anhang C der Rückstand des beim Veraschen zurückgewonnenen Bindemittels 0,5 % nicht überschreitet, wenn der Nenngehalt des Füllers weniger als 6 % der Masse der Gesteinskörnung beträgt. Beträgt der Nenngehalt des Füllers 6 % oder mehr, so darf der Rückstand des zurückgewonnenen Bindemittels 1 % nicht überschreiten.

ANMERKUNG 1 Es ist nicht erforderlich, alle Proben zu prüfen. Die Überprüfung dient lediglich dazu, die Wirksamkeit des Prüfverfahrens nachzuweisen.

ANMERKUNG 2 Der Rückstand hängt vom Lösemittel und von der verwendeten Prüfeinrichtung ab.

5.3.2.3 Erforderlichenfalls ist die gereinigte, zurückgewonnene Gesteinskörnung auf eine Trockenschale zu überführen. Das Lösemittel ist aus der Gesteinskörnung und dem Gerät zur Bindemittlextraktion auszutreiben. Alle verbleibenden mineralischen Feinanteile aus dem Gerät zur Bindemittlextraktion sind zusammen mit der restlichen anfallenden Gesteinskörnung auf die Trockenschale zu überführen, wobei darauf zu achten ist, dass alle mineralischen Anteile aus dem Extraktionsgerät entfernt wurden. Die Masse der Gesteinskörnung in der Trockenschale ist zu bestimmen und aufzuzeichnen.

5.3.2.4 Falls gefordert, kann nun die Korngrößenverteilung der zurückgewonnenen Gesteinskörnung nach EN 933-1 bestimmt werden, wobei gegebenenfalls alle auf dem Filterpapier gesammelten mineralischen Füller zu berücksichtigen sind.

5.4 Bindemittelgehalt

5.4.1 Geräte

5.4.1.1 Gerät zur Rückgewinnung, das den jeweils zutreffenden Anforderungen des aus B.3 gewählten Verfahrens entspricht.

Das Gerät sollte kalibriert und rückverfolgbar sein.

5.4.2 Durchführung

5.4.2.1 Differenzverfahren

Bei Ermittlung des Bindemittelgehaltes aus der Differenz ist die Masse der zurückgewonnenen Gesteinskörnung zu der Masse aller auf dem Filterpapier gesammelten mineralischen Füller zu addieren.

5.4.2.2 Rückgewinnungsverfahren

Wenn der Bindemittelgehalt durch Rückgewinnung des Bindemittels aus der Bindemittellösung bestimmt wird, sind die in B.3 beschriebenen Verfahren anzuwenden.

5.5 Berechnung und Auswertung der Ergebnisse

5.5.1 Allgemeines

Der lösliche Bindemittelgehalt, S , ist als prozentualer Anteil der Masse der getrockneten Messprobe nach 5.5.2, 5.5.3, 5.5.4 oder 5.5.5, wie zutreffend, zu berechnen.

ANMERKUNG 1 Die angegebenen Gleichungen gelten für nicht getrocknete Messproben. Wird die Messprobe bis zur Massekonstanz getrocknet, so wird M die Masse der getrockneten Messprobe und M_W entfällt.

ANMERKUNG 2 Bei Asphaltmischgut mit einem signifikanten Anteil an unlöslichem Bindemittel kann der Gesamtbindemittelgehalt unter Berücksichtigung des unlöslichen Bindemittelgehalts nach A.4 berechnet werden.

5.5.2 Ermittlung des Bindemittelgehaltes durch Differenzverfahren

Der lösliche Bindemittelgehalt, S , ist nach folgender Gleichung als Massenanteil in Prozent zu berechnen:

$$S = \frac{100 \times [M - (M_1 + M_W)]}{M - M_W} \quad (1)$$

Dabei ist

- S der lösliche Bindemittelgehalt, in Prozent (%);
- M die Masse der nicht getrockneten Messprobe, in Gramm (g);
- M_1 die Masse der zurückgewonnenen Mineralstoffe, in Gramm (g);
- M_W die Masse des Wassers in der nicht getrockneten Messprobe, in Gramm (g).

5.5.3 Ermittlung des Bindemittelgehaltes durch Rückgewinnung aus der gesamten Bindemittellösung

Der lösliche Bindemittelgehalt, S , ist nach folgender Gleichung als Massenanteil in Prozent zu berechnen:

$$S = \frac{100 \times M_b}{M - M_W} \quad (2)$$

Dabei ist

- S der lösliche Bindemittelgehalt, in Prozent (%);
- M die Masse der nicht getrockneten Messprobe, in Gramm (g);
- M_b die Masse des zurückgewonnenen Bindemittels, in Gramm (g);
- M_W die Masse des Wassers in der nicht getrockneten Messprobe, in Gramm (g).

5.5.4 Ermittlung des Bindemittelgehaltes durch Rückgewinnung aus einem Teil der Bindemittellösung (Berechnung des Volumens)

Der lösliche Bindemittelgehalt, S , ist nach folgender Gleichung als Massenanteil in Prozent zu berechnen:

$$S = \frac{100 \times z \times V \times d}{(M - M_W) \times (d \times v - z)} \quad (3)$$

Dabei ist

- S der lösliche Bindemittelgehalt, in Prozent (%);
- M die Masse der nicht getrockneten Messprobe, in Gramm (g);
- z die mittlere Masse des Bindemittels, das aus jedem aliquoten Teil der Bindemittellösung zurückgewonnen wird, in Gramm (g);
- V das Gesamtvolumen des Lösemittels, in Kubikmillimeter (mm^3);
- v das Volumen jedes aliquoten Teils der Lösung, in Kubikmillimeter (mm^3);
- d die Dichte des Bindemittels bei 25 °C, in Gramm durch Kubikmillimeter (g/mm^3);
- M_W die Masse des Wassers in der nicht getrockneten Messprobe, in Gramm (g).

5.5.5 Ermittlung des Bindemittelgehaltes durch Rückgewinnung aus einem Teil der Bindemittellösung (Berechnung der Masse)

Der lösliche Bindemittelgehalt, S , ist nach folgender Gleichung als Massenanteil in Prozent zu berechnen:

$$S = \frac{100 \times M_B}{M - M_W} \quad (4)$$

Dabei ist

- S der lösliche Bindemittelgehalt, in Prozent (%);
- M die Masse der nicht getrockneten Messprobe, in Gramm (g);
- M_W die Masse des Wassers in der nicht getrockneten Messprobe, in Gramm (g);
- M_B die Masse des löslichen Bindemittels in der Messprobe, in Gramm (g).

$$M_B = \frac{M_2 - M_1}{M_3 - M_2} M_P \quad (5)$$

Dabei ist

M_p die Masse des Lösemittels in der Messprobe, in Gramm (g);

M_1, M_2, M_3 wie in B.3.2 definiert.

6 Trocknen bis zur Massekonstanz

6.1 Allgemeines

Bei allen Prüfverfahren dieser Europäischen Norm ist es in bestimmten Stufen notwendig, sicherzustellen, dass die Materialien oder die Prüfeinrichtungen bis zur Massekonstanz getrocknet sind; dabei ist das folgende Prüfverfahren nach 6.2 bis 6.3 anzuwenden.

6.2 Geräte

6.2.1 Wärme- oder Trockenschrank von geeignetem Fassungsvermögen, der in der Lage ist, die geforderten Temperaturen aufrechtzuerhalten.

6.2.2 Waage mit einer Genauigkeit von 0,01 % oder besser.

6.2.3 Exsikkator mit geeignetem Fassungsvermögen (freigestellt).

6.3 Durchführung

6.3.1 Das Material bzw. die Prüfeinrichtung ist im Wärme- oder Trockenschrank bis zur Massekonstanz zu trocknen.

ANMERKUNG 1 Beim Wärmeschrank reicht gewöhnlich eine Temperatur von $(110 \pm 5)^\circ\text{C}$. Wenn eine Trocknung der Messprobe vor der Prüfdurchführung erforderlich wird, kann eine Verringerung der Trocknungstemperatur auf $(80 \pm 5)^\circ\text{C}$ bei gleichzeitiger Verlängerung der Trocknungsdauer sinnvoll sein, um einen Bindemittelabfluss zu verhindern.

ANMERKUNG 2 Beim Trockenschrank werden niedrigere Temperaturen verwendet. Je niedriger die Temperatur, desto länger dauert die Trocknung bis zur Massenkonstanz.

ANMERKUNG 3 Die Massekonstanz gilt als erreicht, wenn die Differenz der Ergebnisse von zwei im Abstand von mindestens einer Stunde aufeinander folgenden Wägungen nicht mehr als 0,1 % beträgt.

Zur Vereinfachung wird empfohlen, die aufeinander folgenden Wägungen zur Bestimmung der Massekonstanz mit heißem Material durchzuführen. Es ist ratsam, die Waage vor Hitzeeinwirkung zu schützen.

6.3.2 Nach Erreichen der Massekonstanz ist das Material bzw. die Prüfeinrichtung in einem feuchtfreien Klima abzukühlen und anschließend zu wägen.

ANMERKUNG Ein feuchtfreies Klima kann durch Kühlen in einem Exsikkator erreicht werden.

7 Angabe der Ergebnisse

7.1 Ergebnisse

Anzugeben ist der lösliche Bindemittelgehalt und gegebenenfalls:

- der nach EN 12697-14 auf 0,1 % (Massenanteil) bestimmte Wassergehalt;
- und/oder der nach A.4 bestimmte unlösliche Bindemittelgehalt.

7.2 Prüfbericht

Der Prüfbericht muss zusätzlich zu den unter 7.1 geforderten Angaben mindestens die folgenden enthalten:

- a) Name und Anschrift des Prüflaboratoriums;
- b) fortlaufende Nummerierung des Prüfberichtes;
- c) Name des Auftraggebers;
- d) Beschreibung und Kennzeichnung der Probe sowie Datum des Probeneingangs;
- e) Bezeichnung des Prüfverfahrens durch Verweisung auf die verwendeten Geräte nach Anhang B;
- f) alle Modifikationen zum Prüfverfahren (Abweichungen, Ergänzungen oder Ausschließungen);
- g) Hinweis, ob der Probe eine Bescheinigung der Probenahme beigelegt war;
- h) Unterschrift des für den Prüfbericht fachlich Verantwortlichen;
- i) Ausstellungsdatum des Prüfberichtes.

8 Präzisionsdaten

8.1 Allgemein

ANMERKUNG 1 Es gibt nur begrenzte Kriterien zur Beurteilung der Annehmbarkeit des nach dieser Europäischen Norm ermittelten Bindemittelgehaltes von Asphalt. Die hierin abgegebenen Daten wurden in vier getrennten Prüfungen zur Ermittlung der Präzision an Materialien aus verschiedenen geographischen Bereichen der Europäischen Union ermittelt. Die Präzision dieses Prüfverfahrens kann aus den nach 8.1, 8.2, 8.3 und 8.4 ermittelten Daten bestimmt werden.

Unterschiede der von zwei verschiedenen Laboratorien an Messproben aus derselben Sammelprobe ermittelten Ergebnisse können auf Grund von Fehlern bei der Probeneinengung und/oder beim Messverfahren auftreten. Alle systematischen Unterschiede, die sich beim Vergleich einer Reihe von Prüfergebnissen ergeben haben, sollten untersucht werden, um die Ursache(n) der systematischen Abweichungskomponente zu ermitteln.

ANMERKUNG 2 Diese systematische Abweichungskomponente ist bei gleichen Prüfabläufen im Allgemeinen in der Nichteinhaltung von Einzelheiten des Prüfverfahrens begründet oder – in Einzelfällen – können geringfügige Unterschiede auf Grund eines speziell ausgewählten Prüfablaufs eintreten.

Falls Unterschiede bei Einhaltung derselben Prüfabläufe auftreten, kann die Fehlerursache im Allgemeinen durch die Zusammenarbeit der Laboratorien beseitigt werden. Falls geringfügige Unterschiede auf Grund unterschiedlicher Prüfabläufe auftreten, wird empfohlen, dass die beiden beteiligten Laboratorien zum frühestmöglichen Zeitpunkt die Prüfergebnisse auswerten.

8.2 Präzision — Berechnungsbeispiel 1

ANMERKUNG Die Grenzwerte für die Unterschiede zwischen den Messergebnissen für zwei Messproben, die derselben Sammelprobe entnommen wurden, sind in 8.2.4 angegeben.

8.2.1 Es sind zwei Messproben nach dem in 8.2.2 oder 8.2.3 (wie zutreffend) beschriebenen Verfahren zu entnehmen.

8.2.2 Die für die Wiederholbarkeitsprüfung erforderliche Menge des Probenmaterials wird erhalten, indem eine Probe, die doppelt so groß ist wie die für die Einzelprüfung erforderliche Größe, nach dem in EN 12697-28:2000 angegebenen Probeneinengungsverfahren geteilt wird.

8.2.3 Die für die Vergleichbarkeitsprüfung erforderliche Menge des Probenmaterials wird erhalten, indem zuerst eine Probe vom Achtfachen der für die Prüfung geforderten Größe in zwei annähernd gleich große

Teile (ein Teil für jedes Laboratorium) geteilt wird. Jedes Laboratorium muss dann seinen Teil nach dem in EN 12697-28:2000 angegebenen Probeneinengungsverfahren bis zu der für die Einzelprüfung erforderlichen Probegröße einengen.

8.2.4 Die Wiederholgrenze, r , für den Bindemittelgehalt beträgt 0,3 %. Die Vergleichsgrenze, R , für den Bindemittelgehalt beträgt 0,5 %.

ANMERKUNG Die oben angegebenen Zahlen basieren auf einer Präzisionsbestimmung, die vor mehreren Jahren an makadamartigen Mischgütern durchgeführt wurde. Es wurden übereinstimmende Präzisionsgrenzen für Mischgut festgestellt, das aus Gesteinskörnungen in Nenngrößen größer und kleiner als 20 mm besteht.

8.3 Präzision — Berechnungsbeispiel 2

Die zulässige Spannweite, a_{zul} , in Prozent, ist nach folgender Gleichung zu berechnen:

$$a_{zul} = 2,77 \times (0,10 + 0,002 \times A) \quad (6)$$

Dabei ist

a_{zul} die zulässige Spannweite, in Prozent (%);

A der Siebrückstand der Gesteinskörnung auf einem 11,2-mm-Prüfsieb, in Prozent (%).

Falls Unterschiede zwischen den einzelnen Werten von zwei Proben innerhalb der zulässigen Spannweite, a_{zul} , liegen, sollte der arithmetische Mittelwert als Prüfergebnis verwendet werden.

Die Wiederholstandardabweichung, s_r , in Prozent, ist nach folgender Gleichung zu berechnen:

$$s_r = (0,10 + 0,002 \times A) \quad (7)$$

Dabei ist

s_r die Wiederholstandardabweichung, in Prozent (%);

A der Siebrückstand der Gesteinskörnung auf einem 11,2-mm-Prüfsieb, in Prozent (%).

Falls für A mehrere Werte für eine bestimmte Probe ermittelt wurden, ist A der arithmetische Mittelwert aus diesen Werten.

Die Wiederholgrenze, r , beträgt $2,77 s_r$.

Die Vergleichstandardabweichung, s_R , in Prozent, ist nach folgender Gleichung zu berechnen:

$$s_R = (0,15 + 0,002 \times A) \quad (8)$$

Dabei ist

s_R die Wiederholstandardabweichung, in Prozent (%);

A der Siebrückstand der Gesteinskörnung auf einem 11,2-mm-Prüfsieb, in Prozent (%).

Falls für A mehrere Werte für eine bestimmte Probe ermittelt wurden, ist A der arithmetische Mittelwert aus diesen Werten.

Die Vergleichsgrenze, R , beträgt $2,77 s_R$.

8.4 Präzision — Berechnungsbeispiel 3

An einem Versuch zur Präzision des masseabhängigen Verfahrens der Verdampfung eines Teils der Lösung nach ISO 5725-1 und ISO 5725-2 beteiligten sich 1994/95 14 Laboratorien. Die ermittelte Präzision ist:

- Wiederholgrenze, $r = 0,23$;
- Vergleichgrenze, $R = 0,34$ für einen Asphaltbeton mit einem Größtkorn von 10 mm (AC10).

8.5 Präzision — Berechnungsbeispiel 4

Ein im Januar 2008 durchgeführter Versuch zur Präzision nach ISO 5725-1 und ISO 5725-2 wurde von EAPIC koordiniert. Die Ergebnisse von 41 teilnehmenden Laboratorien wurden statistisch ausgewertet. Anschließend wurden die Ergebnisse von 6 Laboratorien verworfen. Alle Verfahren nach EN 12697-1 wurden erlaubt und die folgenden Verfahren wurden verwendet: Heißeextraktion, Kalteextraktion und kontinuierliches Zentrifugieren (einschließlich mit automatisierten Geräten). Folgende Präzisionsdaten wurden ermittelt:

- Wiederholpräzision, $r = 0,23$;
- Vergleichpräzision, $R = 0,31$;
- Durchschnittliche Differenz zum tatsächlichen Wert: $-0,03 \%$.

Anhang A (informativ)

Leitfaden zur Bestimmung des Bindemittelgehaltes

A.1 Auswertung der Ergebnisse

A.1.1 Die Vor- und Nachteile der verschiedenen Messverfahren müssen dem Einzelfall entsprechend beurteilt werden, wobei diese Beurteilung von den jeweils vorliegenden Umständen abhängt. Trotzdem ergeben die Messverfahren, wenn sie von einem ausgebildeten Prüfer durchgeführt werden, vergleichbare Prüfergebnisse für alle Materialien, vorausgesetzt:

- a) die Einzelheiten der in diesem Dokument festgelegten Prüfverfahren werden genau eingehalten;
- b) der Prüfer hat nachgewiesen, dass die in Abschnitt 8 dieser Europäischen Norm festgelegten Wiederholanforderungen erfüllt wurden.

„Vergleichbar“ ist nicht gleichbedeutend mit „identisch“, da geringe systematische Unterschiede in den Ergebnissen bei unterschiedlichen Prüftechniken auftreten können, ausgenommen bei Mischgütern, die flüchtige Verdünnungsmittel, z. B. Kaltbitumen, enthalten. Diese Unterschiede sind geringer als die in Abschnitt 8 angegebenen Vergleichsgrenzen. Wenn flüchtige Verdünnungsmittel im Asphalt vorhanden sind, können in Abhängigkeit davon, ob das Bindemittel direkt oder durch Differenzbildung bestimmt wird, signifikante Unterschiede in den Messergebnissen auftreten.

A.1.2 Im Prüfbericht sollte auf das verwendete Verfahren hingewiesen werden. Abschnitt 7 enthält Anforderungen zu den anzugebenden Informationen.

A.1.3 Sind die von verschiedenen Laboratorien ermittelten Ergebnisse über eine bestimmte Dauer zu vergleichen, so wird eine Untersuchung auf systematische Abweichungen empfohlen, die auf Grund folgender Faktoren auftreten können:

- a) Probeentnahmestelle und Probenahmeverfahren;
- b) Unterschiede in den Verfahren und systematische Abweichungen von der empfohlenen Vorgehensweise;
- c) Unterschiede in den Verfahrensweisen, die durch mangelhafte Kenntnis des Prüfverfahrens entstehen;
- d) in Einzelfällen ein geringer Einfluss auf Grund bestimmter Eigenschaften des geprüften Materials.

Nach Möglichkeit sollten diese Unterschiede vor Durchführung der Versuche ausgeglichen werden, um direkte Vergleiche zwischen den Prüfergebnissen zu ermöglichen.

A.1.4 Es sollte beachtet werden, dass – im Gegensatz zum Asphalt in frischem Mischgut – in der Straßendecke Änderungen in der Beschaffenheit des Bitumens auftreten können, die einen Einfluss auf dessen Löslichkeit in den bei den Prüfverfahren eingesetzten Lösemitteln haben. Dieser Faktor sowie der Bindemittelverlust infolge der Verkehrsbelastungen, die Erhöhung des Gehaltes an Gesteinskörnungen infolge des Eindringens von Gesteinsschutt und Veränderungen der Korngrößenverteilung, die durch Nachverdichtung oder das Austrennen von Bohrkernproben und die Entnahme von Proben entstehen, können die Messergebnisse von Proben aus altem Material beeinflussen. Diese Punkte sollten bei der Auswertung der Messergebnisse berücksichtigt werden. Dies gilt besonders bei Proben, die aus Straßen mit beträchtlicher Verkehrsbelastung entnommen wurden.

A.2 Einfluss des Wassergehaltes

Bei der Untersuchung von Asphalt ist es wichtig, den Einfluss von Wasser in den Messproben zu verstehen. Mischgut, das im Wesentlichen aus trockenen Gesteinskörnungen hergestellt wurde und aus dem unmittelbar vor der Prüfung Proben entnommen wurden, hat üblicherweise nur einen sehr geringen Wassergehalt. Materialien, die aus feuchten Gesteinskörnungen und insbesondere bei niedrigen Mischtemperaturen hergestellt wurden, sowie Proben, die nach einer Witterungsbeanspruchung entnommen wurden, können hingegen beträchtliche Mengen an Wasser enthalten. Bei den Verfahren, in denen der Bindemittelgehalt aus der Differenz ermittelt wird, ist eine präzise Beurteilung des Wassergehalts erforderlich, um die Ermittlung des genauen Bindemittelgehaltes sicherzustellen. Auf gleiche Weise sollte der Wassergehalt berücksichtigt werden, wenn Gesteinskörnungen, die ein Sieb mit einer Größe von 63 µm passieren, aus der Differenz bestimmt werden.

A.3 Auswahl der Prüfeinrichtung und der Arbeitsschritte

Wenn vom Abnehmer nicht anders festgelegt, werden spezielle Teile der Prüfeinrichtung und die Abfolge der Arbeitsschritte zur Erzielung eines Prüfergebnisses von der Leitung des jeweiligen Laboratoriums in Übereinstimmung mit Bild A.1 ausgewählt. Alle Prüfverfahren sollten als gleichwertig angesehen werden. Die Wahl wird in erster Linie von den Kosten, der Verfügbarkeit der Prüfgeräte, der Dauer der Prüfdurchführung und dem Zweck der Prüfung bestimmt. Die Verwendung aller wesentlichen Teile der nach dieser Europäischen Norm zulässigen Prüfgeräte ist in Anhang B beschrieben.

A.4 Bestimmung des Gesamtbindemittelgehaltes

Bei der Bestimmung des Gesamtbindemittelgehaltes von Mischgut, das unlösliche Bindemittelanteile enthält, ist es notwendig, den im verwendeten Lösemittel unlöslichen Anteil des Bindemittels zu berücksichtigen. In diesem Fall kann der Gesamtbindemittelgehalt, B , nach folgender Gleichung berechnet werden:

$$B = \frac{100 \times S}{100 - T} \quad (\text{A.1})$$

Dabei ist

- B der Gesamtbindemittelgehalt der trockenen Probe in Massenanteilen, in Prozent (%);
- S der lösliche Bindemittelgehalt, in Prozent (%);
- T der Massenanteil an Bindemittel, das im verwendeten Lösemittel unlöslich ist, in Prozent (%).

Die Berechnung des unlöslichen Bindemittelanteils beruht auf der Löslichkeit der Bindemittelprobe vor der Mischgutherstellung. Die Löslichkeit sollte nach EN 12592 bestimmt werden.

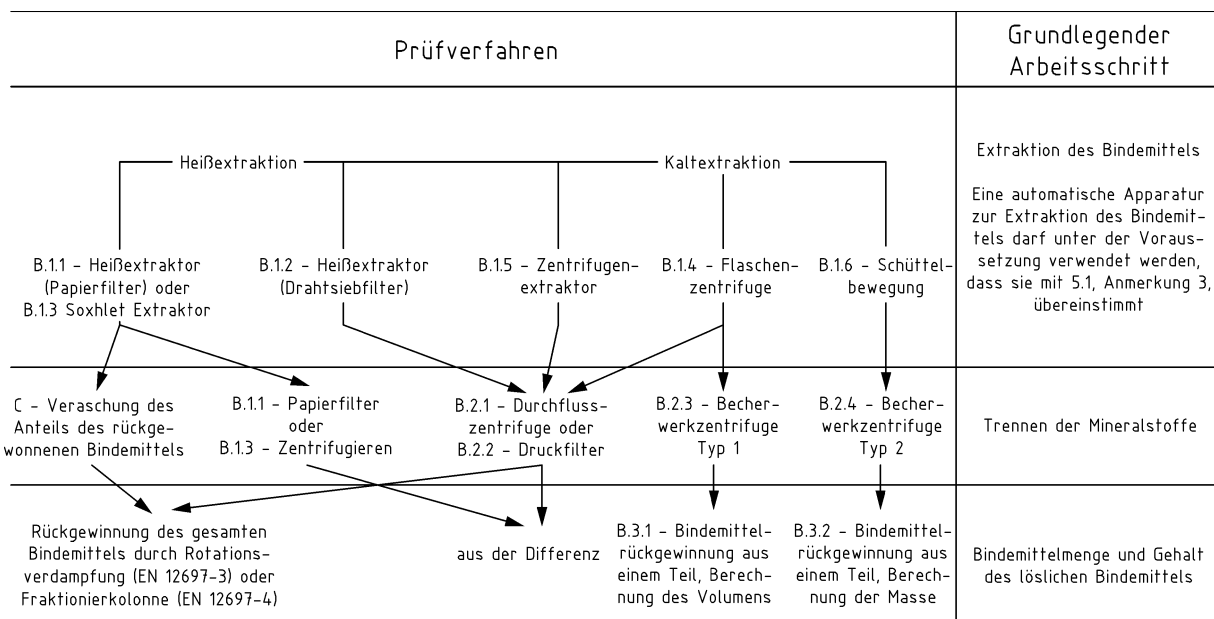


Bild A.1 — Alternative Verfahren zur Bestimmung des Bindemittelgehaltes

Anhang B (normativ)

Verwendung der Prüfeinrichtungen zur Bestimmung des Bindemittelgehaltes

B.1 Extraktion des Bindemittels

B.1.1 Heißextraktor (Papierfilter)

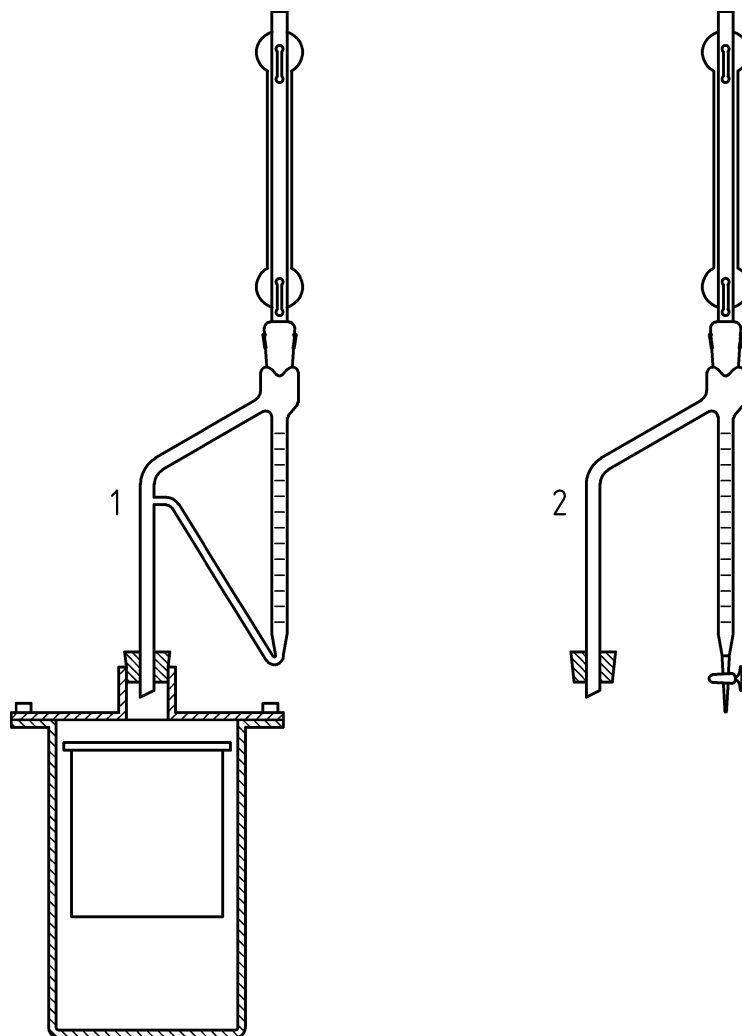
B.1.1.1 Geräte

Die Geräte sollten kalibriert und rückverfolgbar sein.

ANMERKUNG Ein geeigneter Prüfaufbau ist in Bild B.1 dargestellt.

B.1.1.1.1 Heißextraktor, bestehend aus einem zylindrischen Behälter aus Siebgewebe aus einem korrosionsbeständigen Werkstoff bzw. aus Messing, mit Öffnungsweiten von etwa 1 mm bis 2 mm oder aus einem Schleudergussrohr aus Kupfer, an dessen Boden eine Leiste angebracht ist, auf der ein herausnehmbares Siebgewebe aus Messing liegt.

Der Behälter wird in den oberen beiden Dritteln eines Metalltiegels auf geeignete Weise fest angebracht. Der Tiegel hat einen Bördelflansch, einen gut schließenden Deckel und einen geeigneten Dichtungsring. Der Deckel wird so angeschraubt, dass die Verbindung zwischen Behälter und Deckel lösemitteldicht ist.



Legende

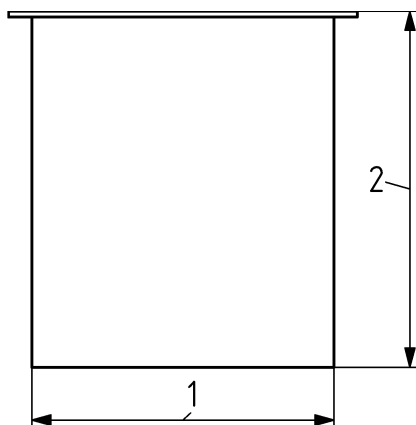
- 1 Lösemittel mit einer Dichte > 1
- 2 Lösemittel mit einer Dichte < 1

Bild B.1 — Gerät für das Heiextraktionsverfahren

ANMERKUNG 1 Die wesentlichen Merkmale der Gerte sind in den Bildern B.2 und B.3 dargestellt.

ANMERKUNG 2 Es ist von Vorteil, Behlter und Tiegel in mehreren Gren vorrtig zu haben, sodass die passende Gre fr die zur Prfung entnommene Materialmenge ausgewhlt werden kann.

Maße in Millimeter

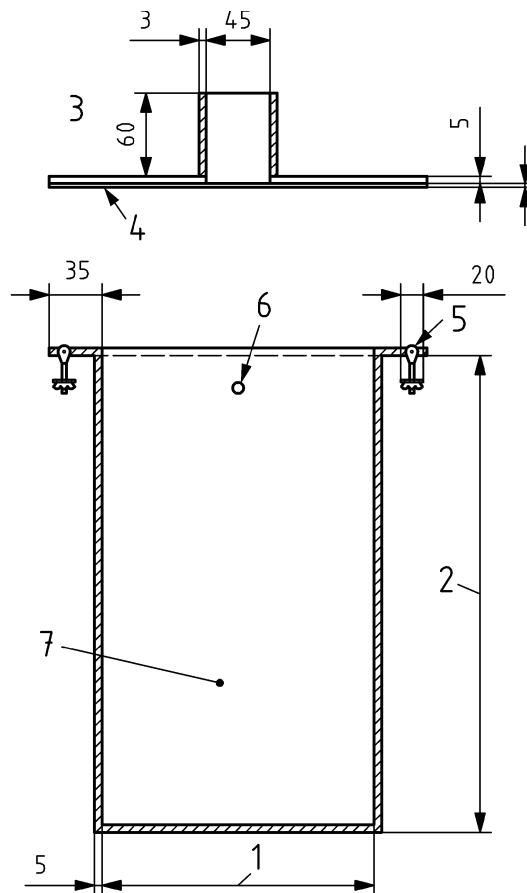


Legende

- 1 120 mm bis 200 mm (wie zutreffend)
- 2 120 mm bis 250 mm (wie zutreffend)

Bild B.2 — Zylindrischer Behälter für das Heißextraktionsverfahren

B.1.1.1.2 Zylinder aus Siebgewebe aus Messing mit Öffnungsweiten von 1 mm bis 2 mm oder aus Schleuderguss-Kupferrohr mit einer Grundfläche aus Siebgewebe, wobei dieses aus Messing oder aus einem anderen, nicht korrodierenden Werkstoff besteht.



Legende

- | | | | |
|---|--|---|---|
| 1 | 150 mm bis 230 mm (wie zutreffend) | 5 | 6 oder 8 gleich verteilte Schlitzte zur Aufnahme von Treibschrauben |
| 2 | 200 mm bis 400 mm (wie zutreffend) | 6 | 3 Stifte zur Aufnahme des Siebgewebezyllinders |
| 3 | Deckel aus Messing oder aus geschweißtem Stahl | 7 | äußerer Tiegel aus Messing oder geschweißtem Stahl |
| 4 | Dichtungsring | | |

Bild B.3 — Tiegel für das Heiextraktionsverfahren aus hartgelötetem Messing oder geschweißtem Stahl

ANMERKUNG Die hier beschriebene Ausführung hat sich als geeignet erwiesen, es können aber auch alternative Ausführungen verwendet werden.

B.1.1.1.3 Messvorlage mit einem Fassungsvermögen von $12,5 \text{ mm}^3 \times 10^3 \text{ mm}^3$ oder eine Vorlage in einer ähnlichen Ausführung, die für die Verwendung von Lösemitteln mit einer geringeren Dichte als Wasser geeignet und mit einem Hahn ausgestattet ist, sodass erforderlichenfalls das Wasser in einen Messzylinder abgezogen werden kann.

ANMERKUNG Die Vorlagen können Schliffverbindungen haben; in diesem Fall kann ein Adapter notwendig sein, um die Vorlage mit dem Deckel des Tiegels zu verbinden.

B.1.1.1.4 Wassergekühlter Rückflusskühler mit einem unter einem Winkel von etwa 45° zur Achse des Kühlers angeschliffenen unteren Ende.

B.1.1.1.5 Heizvorrichtung, z. B. elektrische Heizplatte.

Gasbrenner sollten nicht verwendet werden, da die Gefahr besteht, dass durch Zersetzung von freiem Lösemitteldampf giftige Rauchgase entstehen und der Tiegel, falls er aus Stahl besteht, korrodiert.

B.1.1.1.6 Filterpapier.

B.1.1.1.7 Exsikkator mit geeigneten Abmessungen zur Aufbewahrung der mit Filterpapier ausgelegten zylindrischen Behälter.

B.1.1.1.8 Vorlage.

B.1.1.2 Durchführung

B.1.1.2.1 Ein Filter ist in den zylindrischen Behälter zu legen, sodass dieser vollständig ausgelegt ist. Behälter und Filterpapier sind bei $(110 \pm 5)^\circ\text{C}$ zu trocknen. Anschließend sind sie im Exsikkator abzukühlen und auf 0,1 g zu wägen.

B.1.1.2.2 Die Messprobe ist vorsichtig in den mit Filterpapier ausgelegten Behälter zu überführen, danach sind Probe und Behälter auf 0,05 % der verwendeten Masse zu wägen. Wägungen, bei denen getrocknetes Filterpapier verwendet wird, sind möglichst schnell durchzuführen, um eine unzulässige Absorption von Feuchtigkeit aus der Atmosphäre zu vermeiden. Der Behälter ist in den Tiegel zu bringen, und die Probe ist mit einer ausreichenden (der Größe des Extraktors entsprechenden) Menge Lösemittel zu begießen, sodass ein Rückfluss möglich ist.

B.1.1.2.3 Der Deckel ist mit der trockenen Dichtung zu verriegeln, Sammelrohr und Kühler sind anzuschließen.

B.1.1.2.4 Der Tiegel ist so zu erhitzen, dass eine intensive örtliche Erhitzung vermieden wird und eine konstante Rückflussgeschwindigkeit vom Ende des Kühlers von zwei bis fünf Tropfen je Sekunde jedoch sichergestellt wird.

ANMERKUNG In der Probe vorhandenes Wasser wird in dem Sammelrohr aufgefangen, während das Lösemittel über die Probe zurückfließt und durch das Filterpapier am Boden des Tiegels aufgefangen wird.

B.1.1.2.5 Falls die Menge des aufgefangenen Wassers das Fassungsvermögen der Vorlage überschreitet, ist die Destillation zu unterbrechen, der Kühler auszubauen und mit einer Pipette einen abzumessende Teil des Wassers zu entnehmen. Danach ist die Apparatur wieder zusammenzubauen und die Destillation erneut vorzunehmen.

ANMERKUNG Falls ein Absperrhahn vorhanden ist, darf das Wasser, ohne Unterbrechung der Destillation, in einen Messzylinder abgezogen und gemessen werden.

B.1.1.2.6 Es ist so lange zu erhitzen, bis sich kein Wasser mehr in der Vorlage sammelt und die Extraktion beendet ist.

ANMERKUNG Die Beendigung der Extraktion kann zuverlässig nur durch Abbau des Prüfgerätes und Untersuchung der Gesteinskörnungen bestimmt werden.

Falls das Gerät länger als etwa 2 h stehen gelassen wird, besteht die Möglichkeit, dass das Filterpapier Wasser aus der Atmosphäre absorbiert. Es wird daher nachdrücklich eine ausreichende Dauer für den Beginn des Rückflusses empfohlen, um sicherzustellen, dass das gesamte Wasser ohne Unterbrechung, außer zum Ausleeren der Vorlage, aufgefangen wird.

B.1.1.2.7 Der Behälter mit der Gesteinskörnung ist zu entnehmen und bis zur Massekonstanz zu trocknen (siehe Abschnitt 6).

Zur Vereinfachung wird empfohlen, aufeinander folgende Wägungen zur Bestimmung der Massekonstanz mit heißem Material durchzuführen. Es ist ratsam, die Waage vor Hitzeeinwirkung zu schützen.

B.1.1.2.8 Nach Erreichen der Massekonstanz ist der Behälter mit seinem Inhalt in einem Exsikkator abzukühlen und anschließend zu wägen.

B.1.1.2.9 Zur Korrektur für das in der Lösung vorhandene Feingut ist die gesamte Lösung nach Beendigung der Prüfung durch ein geeignetes Filterpapier zu filtern oder zu zentrifugieren. Die Masse der unlöslichen Anteile wird nach Bild A.1 bestimmt.

ANMERKUNG Die hier beschriebene Ausführung hat sich als geeignet erwiesen, es können aber auch alternative Ausführungen verwendet werden.

B.1.2 Heißextraktor (Drahtsiebfilter)

B.1.2.1 Geräte

Die Geräte sollten kalibriert und rückverfolgbar sein.

ANMERKUNG Ein geeigneter Prüfaufbau ist in Bild B.4 dargestellt.

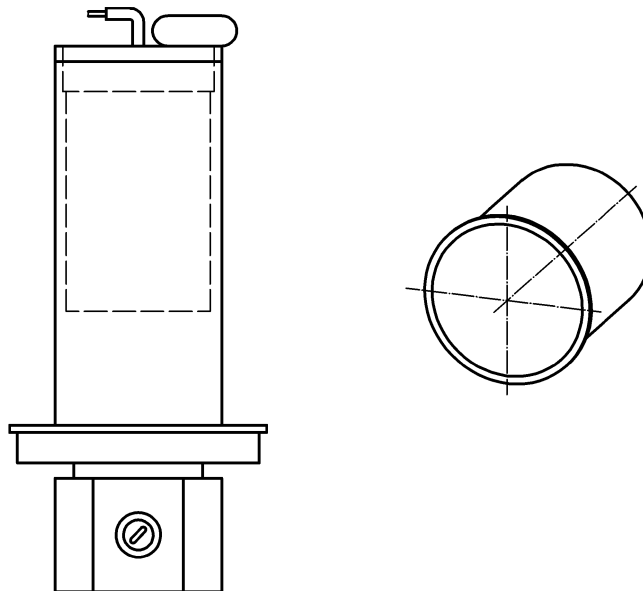


Bild B.4 — Prüfgerät für die Heißextraktion

B.1.2.1.1 Extraktoren aus Glas und/oder Metall mit Kühler und geeignetem Extraktionsaufsatz, z. B. ein Drahtkorb mit einem 63-µm-Drahtgewebe als Extraktionshülse oder ein Metallzylinder mit einem 63-µm-Drahtgewebe als Siebmedium, und einem Schutzsieb.

B.1.2.1.2 Extraktionskolben, entweder als Rund- oder Stehkolben.

B.1.2.1.3 Extraktionshülsen aus Faserstoffen.

B.1.2.1.4 Heizvorrichtung, z. B. elektrische Heizplatte.

Gasbrenner sollten nicht verwendet werden, da die Gefahr besteht, dass durch Zersetzung von freiem Lösemitteldampf giftige Rauchgase entstehen und der Tiegel, falls er aus Stahl besteht, korrodiert.

B.1.2.1.5 Exsikkator, zum Kühlen und Aufbewahren der trockenen Extraktionshülsen und Gesteinskörnungen.

B.1.2.2 Durchführung

B.1.2.2.1 Die Messprobe ist in den Extraktionsaufsatz und die Extraktionshülsen aus Faserstoffen einzuwägen, die unmittelbar vor der Extraktion getrocknet wurden.

B.1.2.2.2 Der Extraktionsaufsatz ist auf den Extraktor zu setzen, und durch Sieden des Lösemittels ist das Bindemittel so lange zu extrahieren, bis das aus dem Extraktionsaufsatz austretende Lösemittel farblos ist.

B.1.2.2.3 Nach der Extraktion ist der Behälter mit der Gesteinskörnung zu entnehmen und bis zur Massekonstanz (siehe Abschnitt 6) zu trocknen.

B.1.2.2.4 Zur Korrektur für das in der Lösung vorhandene Feingut ist die gesamte Lösung nach Beendigung der Prüfung durch ein geeignetes Filterpapier zu filtern oder zu zentrifugieren. Die Masse der unlöslichen Anteile wird nach Bild A.1 bestimmt.

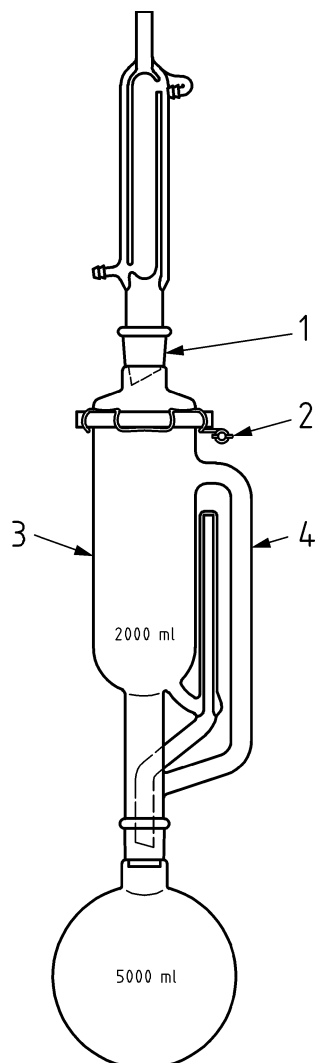
B.1.3 Soxhlet-Extraktor

B.1.3.1 Geräte

Die Geräte sollten kalibriert und rückverfolgbar sein.

B.1.3.1.1 Extraktor aus Glas (modifizierter Soxhlet-Extraktor), bestehend aus einem Extraktionskolben, einem Extraktor mit Absperrhahn und Dampfrohr und einem Kühler.

ANMERKUNG Ein geeigneter Extraktor ist in Bild B.5 dargestellt.



Legende

- 1 QUICKFIT DA 5/100 oder Ähnliches
- 2 QUICKFIT IC 100F oder Ähnliches
- 3 QUICKFIT EX 5/105 oder Ähnliches
- 4 Extraktionshülse

Bild B.5 — Modifizierter Soxhlet-Extraktor

B.1.3.1.2 Extraktionshülse aus gepresstem Filterpapier oder gefaltetem Papier.

B.1.3.1.3 Drahtgewebe, zwei Stück (freigestellt).

B.1.3.1.4 Heizvorrichtung, z. B. Dampfbad, Heizplatte oder Infrarotstrahler.

Gasbrenner sollten nicht verwendet werden, da die Gefahr besteht, dass durch Zersetzung von freiem Lösemitteldampf giftige Rauchgase entstehen.

B.1.3.1.5 Exsikkator oder beheizbare Truhe zum Aufbewahren der getrockneten Extraktionshülse.

Die beheizbare Truhe muss so ausgelegt sein, dass die Extraktionshülsen bis zur vollständigen Verdampfung des Lösemittels im Abzugsschrank aufbewahrt werden können, wenn die Truhe in der Nähe des Extraktors steht.

ANMERKUNG Eine typische Truhe ist in Bild B.6 dargestellt.

Maße in Millimeter

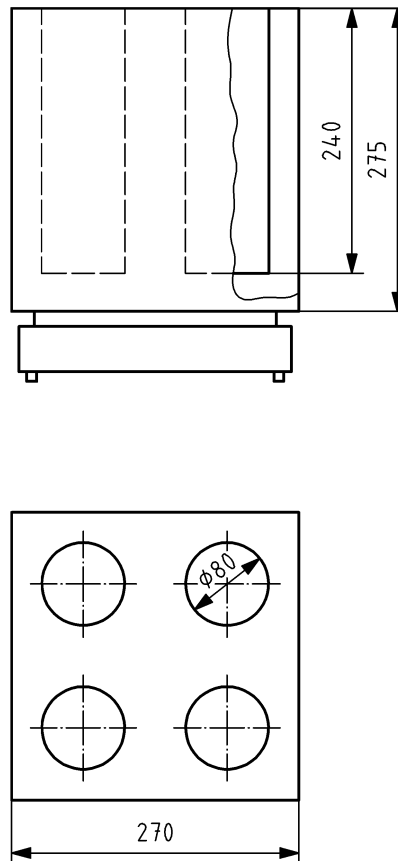


Bild B.6 — Typische beheizbare Truhe

B.1.3.2 Durchführung

B.1.3.2.1 Der Extraktionskolben und die trockene Extraktionshülse sind auf 0,05 g zu wägen. Die Messprobe ist in die Extraktionshülse zu bringen, und die Hülse mit der Messprobe ist nach Abkühlung der Probe unter Einhaltung einer Genauigkeit von 0,05 g zu wägen.

ANMERKUNG Der Extraktionskolben muss nur dann gewogen werden, wenn das Bindemittel zurückgewonnen werden soll.

B.1.3.2.2 Die Extraktionshülse mit der Messprobe ist auf das Drahtgewebe in den Extraktor zu bringen und mit so viel Lösemittel zu füllen, dass die Probe größtenteils bedeckt ist. Das zweite Drahtgewebe ist auf die Extraktionshülse zu legen.

ANMERKUNG Die Menge des Lösemittels hängt vom Volumen des Extraktionskolbens ab.

B.1.3.2.3 Der Absperrhahn des Extraktors ist zu öffnen.

B.1.3.2.4 Die Heizvorrichtung ist anzuschalten.

Die Wärme sollte so zugeführt werden, dass die Extraktionshülse mit Lösemittel durchtränkt werden kann, ohne überzufließen.

B.1.3.2.5 Die Extraktion ist zu beenden, nachdem das im Extraktor gesammelte Lösemittel praktisch farblos ist.

Das kann überprüft werden, indem das Lösemittel im Extraktor den unteren Teil der Extraktionshülse bedeckt. Wenn der Hahn geöffnet wird, sollte die aus der Hülse abfließende Lösung nahezu farblos sein.

B.1.3.2.6 Der Behälter mit der Gesteinskörnung ist zu entnehmen und bis zur Massekonstanz zu trocknen (siehe Abschnitt 6).

B.1.3.2.7 Um etwaiges am Ende der Prüfung in der Lösung vorhandene Feingut zu entfernen, ist die gesamte Lösung durch ein geeignetes Filterpapier zu filtern oder zu zentrifugieren und die Masse der unlöslichen Anteile ist zu bestimmen.

B.1.4 Flaschenzentrifuge

B.1.4.1 Geräte

Die Geräte sollten kalibriert und rückverfolgbar sein.

B.1.4.1.1 Metallflaschen mit einem für die zu prüfende Probe geeigneten Fassungsvermögen von z. B. $600 \text{ mm}^3 \times 10^3 \text{ mm}^3$, $2\,500 \text{ mm}^3 \times 10^3 \text{ mm}^3$, $7\,000 \text{ mm}^3 \times 10^3 \text{ mm}^3$, $12\,000 \text{ mm}^3 \times 10^3 \text{ mm}^3$, mit weitem Hals und geeignetem Verschluss.

Die Flaschen sollten höchstens bis zu drei Viertel gefüllt sein.

B.1.4.1.2 Vorrichtung, mit der die Flaschen um ihre Längsachsen mit einer Drehzahl von $(15 \pm 5) \text{ 1/min}$ gedreht werden können.

B.1.4.2 Zusätzliche Geräte für Durchführungsvariante 2 (B.1.4.4)

B.1.4.2.1 Messkolben mit geeignetem Fassungsvermögen, z. B. $250 \text{ mm}^3 \times 10^3 \text{ mm}^3$, $500 \text{ mm}^3 \times 10^3 \text{ mm}^3$, $1\,000 \text{ mm}^3 \times 10^3 \text{ mm}^3$ und $2\,000 \text{ mm}^3 \times 10^3 \text{ mm}^3$.

ANMERKUNG Zur Messung des Lösemittels dürfen andere Systeme verwendet werden unter der Voraussetzung, dass das verwendete Gerät kalibriert wurde.

B.1.4.2.2 Thermometer mit einem Messbereich zwischen $\pm 0,5 \text{ °C}$ und 150 °C .

B.1.4.3 Durchführungsvariante 1 - Ermittlung des Bindemittelgehaltes durch Differenzverfahren

B.1.4.3.1 Die Messprobe ist in eine Metallflasche geeigneter Größe zu geben.

B.1.4.3.2 Das Lösemittel wird der Messprobe hinzugefügt, sodass sich eine Lösung mit einer Konzentration von höchstens 4 % des löslichen Bindemittels ergibt.

$300 \text{ mm}^3 \times 10^3 \text{ mm}^3$ Dichlormethan (Methylenchlorid oder ein gleichwertiges Lösemittel) sollten für eine Asphaltprobe von 800 g mit einem Bitumenanteil von 4 % bis 7 % ausreichen.

Falls Dichlormethan verwendet wird, sollte die Temperatur der Probe 25 °C nicht überschreiten, da sich eine gefährlich hohe Konzentration von Lösemitteldampf bilden kann. Außerdem kann in der Flasche ein Druck entstehen, wodurch die Gefahr einer Explosion, des Herausspritzens von Lösemittel oder des Austreibens des Stopfens besteht.

B.1.4.3.3 Die Flasche ist zu verschließen, um sie auf der Flaschenzentrifuge für die in Tabelle B.1 festgelegte Dauer rotieren zu lassen.