

DIN EN 12697-4

ICS 93.080.20

Entwurf

Einsprüche bis 2022-03-14
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN 12697-4:2015-09

**Asphalt –
Prüfverfahren –
Teil 4: Rückgewinnung des Bindemittels: Fraktionierkolonne;
Deutsche und Englische Fassung prEN 12697-4:2022**

Bituminous mixtures –
Test methods –
Part 4: Bitumen recovery: Fractionating column;
German and English version prEN 12697-4:2022

Mélanges bitumineux –
Méthodes d'essai –
Partie 4: Récupération des bitumes à la colonne à distiller;
Version allemande et anglaise prEN 12697-4:2022

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2022-01-14 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 oder Am DIN-Platz, 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 30 Seiten

DIN-Normenausschuss Bauwesen (NABau)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN 12697-4:2022) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 227 „Straßenbaustoffe“ erarbeitet, dessen Sekretariat von BSI (Vereinigtes Königreich) gehalten wird.

Das zuständige nationale Normungsgremium 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.

Aktuelle Informationen zu diesem Dokument können über die Internetseiten von DIN (www.din.de) durch eine Suche nach der Dokumentennummer aufgerufen werden.

Änderungen

Gegenüber DIN EN 12697-4:2015-09 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) allgemeine Überarbeitung der Standardtexte nach den CEN/CENELEC-Regularien, Teil 3:2019;
- b) Klarstellung des Anwendungsbereichs (Abschnitt 1);
- c) Korrektur der datierten Verweisung auf EN 12697-1 (Abschnitt 2);
- d) Löschung der Verweisungen auf EN 12697-3 und EN 12697-38 (Abschnitt 2);
- e) Löschung des Unterabschnitts, der die Kalibrierung und Wartung der Zentrifuge beschreibt (5.2.1);
- f) Klarstellung der erforderlichen Temperatur des Ölbad (5.3.2);
- g) Ersetzung des Begriffs „accuracy“ des Thermometers durch „maximum permissible error“ (5.3.5);
- h) Korrektur der datierten Verweisung auf EN 12697-1:2020 sowie gesamter Absatz klarer formuliert (7.1.2);
- i) Ergänzung der Grenzwerte der Temperaturen (7.3.5);
- j) Überarbeitung der zu berichtenden Daten (Abschnitt 9).

**Asphalt – Prüfverfahren – Teil 4: Rückgewinnung des Bindemittels:
Fraktionierkolonne**

Bituminous mixtures – Test methods – Part 4: Bitumen recovery: Fractionating column

Mélanges bitumineux – Méthodes d'essai – Partie 4: Récupération des bitumes à la colonne à distiller

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	3
Einleitung	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen	5
3 Begriffe	5
4 Kurzbeschreibung	6
5 Prüfeinrichtung	6
5.1 Gerät zur Extraktion des löslichen Bitumens	6
5.2 Gerät zum Klären der Bitumenlösung	6
5.3 Destillationsgerät	7
6 Lösemittel und sonstige Materialien	7
7 Durchführung	7
7.1 Extraktion des Bitumens und Entfernen unlöslicher Stoffe	7
7.2 Zusammenbau der Apparatur und Kontrolle auf Luftdichtigkeit	8
7.3 Destillationsverfahren	8
8 Vorbereitung des Bitumens für die Prüfung	9
9 Prüfbericht	9
Literaturhinweise	14

Bilder

Bild 1 — Destillationsapparatur zur Rückgewinnung von löslichem Bitumen	11
Bild 2 — KGP-Rührer (Kegelschliffverbindung in der Größe 19/26 oder in einer entsprechenden Größe)	12
Bild 3 — Rührer mit drehbar angebrachten Rührerschaufeln aus Polytetrafluorethylen	12
Bild 4 — Röhrchen für die Zufuhr von CO ₂	13

Tabellen

Tabelle 1 — Präzisionswerte	10
---------------------------------------	----

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN 12697-4:2022) 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 12697-4:2015 ersetzen.

Die wesentlichen Änderungen gegenüber der Vorgängerversion sind nachfolgend aufgeführt:

- allgemeine Überarbeitung der Standardtexte nach den CEN/CENELEC-Regularien, Teil 3:2019;
- Klarstellung des Anwendungsbereichs (Abschnitt 1);
- Korrektur der datierten Verweisung auf EN 12697-1 (Abschnitt 2);
- Löschung der Verweisungen auf EN 12697-3 und EN 12697-38 (Abschnitt 2);
- Löschung des Unterabschnitts, der die Kalibrierung und Wartung der Zentrifuge beschreibt (5.2.1);
- Klarstellung der erforderlichen Temperatur des Ölbad (5.3.2);
- Ersetzung des Begriffs „accuracy“ des Thermometers durch „maximum permissible error“ (5.3.5);
- Korrektur der datierten Verweisung auf EN 12697-1:2020 sowie gesamter Absatz klarer formuliert (7.1.2);
- Ergänzung der Grenzabweichungen der Temperaturen (7.3.5);
- Überarbeitung der zu berichtenden Daten (Abschnitt 9).

Eine Auflistung aller Teile der Normenreihe EN 12697 ist auf der CEN-Internetseite abrufbar.

Einleitung

WARNUNG — Das in dieser Europäischen Norm beschriebene Verfahren erfordert die Anwendung von Dichlormethan (Methylenchlorid), 1,1,1-Trichlorethan, Benzen, Trichlorethylen, Xylen, Toluol oder sonstigen zur Lösung von Bitumen geeigneten Lösemitteln. 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.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein Verfahren zur Rückgewinnung von löslichem Bitumen aus Asphalt für Straßen, Flugplätze oder ähnliche Beläge in einer zur weiteren Prüfung geeigneten Form fest.

Das Verfahren ist anwendbar zur Rückgewinnung von Straßenbaubitumen und für Asphalte, die flüchtige Bestandteile enthalten, wie z. B. verschnittenes Bitumen.

Das Verfahren ist nicht anwendbar zur Rückgewinnung von polymermodifiziertem Bitumen.

ANMERKUNG 1 Dieses Dokument ist das Referenzverfahren zur Rückgewinnung von Asphalten, die flüchtige Bestandteile enthalten, wie z. B. verschnittenes Bitumen.

ANMERKUNG 2 EN 12697-3 ist das Referenzverfahren zur Rückgewinnung von Straßenbaubitumen und polymermodifiziertem Bitumen.

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 12594, *Bitumen und bitumenhaltige Bindemittel — Vorbereitung von Untersuchungsproben*

EN 12697-1:2020, *Asphalt — Prüfverfahren — Teil 1: Löslicher Bindemittelgehalt*

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: verfügbar unter <https://www.electropedia.org/>

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

3.1

löslicher Bindemittelgehalt

Massenanteil des extrahierbaren Bindemittels in einer wasserfreien Probe, in Prozent, 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

Massenanteil des Bindemittels, das nach der Extraktion den Mineralstoffen anhaftet, in Prozent

4 Kurzbeschreibung

Das Bitumen wird in Dichlormethan (oder einem anderen geeigneten Lösemittel) aus der Probe gelöst. Nach Entfernen der nicht gelösten Feststoffe wird die Bitumenlösung durch Destillation bei atmosphärischem Druck in einer Fraktionierkolonne eingeeengt. Die letzten Lösemittelsuren werden durch Destillation bei einer Temperatur von 100 °C über dem erwarteten Erweichungspunkt oder 175 °C, je nachdem, welches der höhere Wert ist, aus dem Konzentrat entfernt, wobei eine Druckverminderung gegenüber dem atmosphärischen Druck von 100 kPa auf 20 kPa erfolgt und als Hilfsmittel ein Kohlendioxid-Gasstrom zugegeben wird. Bei der Rückgewinnung von verschnittenen Bitumen, die stark flüchtige Bestandteile, wie z. B. Leichtbenzin, enthalten, wird kein Kohlendioxidgas zugegeben.

5 Prüfeinrichtung

5.1 Gerät zur Extraktion des löslichen Bitumens

Ein geeigneter, verschließbarer Behälter, in dem die Probe gemeinsam mit dem Lösemittel geschüttelt werden kann, oder ein anderes zur Extraktion des löslichen Bitumens geeignetes und EN 12697-1 entsprechendes Gerät.

ANMERKUNG Bei Anwendung der in EN 12697-1 angegebenen Heißeextraktionsverfahren könnte das Bindemittel erhärten, wodurch die Ergebnisse der nachfolgenden Prüfungen beeinträchtigt werden. Üblicherweise wird dieses Erhärten jedoch annähernd als Ausgleich für die durch das zurückbleibende Lösemittel verursachte Erweichung angesehen.

5.2 Gerät zum Klären der Bitumenlösung

Zur Entfernung der Feststoffe aus der Bitumenlösung darf eine Zentrifuge mit Zentrifugengläsern, eine Durchflusszentrifuge oder eine Filtriereinrichtung verwendet werden.

Zentrifugen sind zum Klären aller Bitumenlösungen geeignet und werden für die Durchführung dieses Verfahrens empfohlen. Mit der Filtriereinrichtung sind möglicherweise nicht alle Arten von bitumenhaltigen Lösungen zu klären, sie wurde jedoch in dieses Verfahren aufgenommen, da sie im Allgemeinen in Laboratorien, die Asphaltprüfungen durchführen, vorhanden ist. Falls bei Anwendung eines Druckfilters Schwierigkeiten auftreten, sollte eine Zentrifuge verwendet werden.

5.2.1 Zentrifuge mit Zentrifugengläsern, die nach folgender Gleichung eine Beschleunigung von mindestens 15 000 m/s² erreichen kann:

$$a = 1,097 \times n^2 \times r \times 10^{-6}. \quad (1)$$

Dabei ist

a die Beschleunigung, in Meter je Quadratsekunde (m/s²);

n die Anzahl der Umdrehungen, in Umdrehungen je Minute (U/min);

r der Radius bis zum Boden der rotierenden Zentrifugengläser (Innenmaß), in Millimeter (mm).

Die Zentrifugengläser sind gut zu verschließen.

ANMERKUNG Eine typische Zentrifuge in einer für dieses Verfahren geeigneten Ausführung nimmt vier oder sechs Zentrifugengläser mit einem Fassungsvermögen von 200 ml oder 500 ml auf und rotiert mit 3 000 U/min bei einem Radius (nach der oben angegebenen Definition) von 250 mm.

5.2.2 Durchflusszentrifuge für Laborzwecke, die eine Beschleunigung von 25 000 m/s² erreichen kann, mit einer ständigen Zuführung des Materials sowie kontinuierlichem Abfluss der Lösung.

5.2.3 Druckfilter in geeigneter Größe.

5.2.4 Luftpumpe zum Fördern ölfreier Luft bei etwa 200 kPa.

5.2.5 Filterpapiere mit einem Rückhaltevermögen von mindestens 11 µm, die in den Druckfilter passen.

ANMERKUNG Ein Druckfilter, in das ein Filterpapier von 270 mm Durchmesser passt, ist geeignet.

5.3 Destillationsgerät

Siehe Bild 1.

5.3.1 500-ml-Rundkolben aus hitzebeständigem Glas mit einem Dreifachaufsatz aus Glas

Der mittlere Hals dient wechselweise zur Aufnahme eines Rührers (siehe Bild 2 oder Bild 3) oder eines Glasröhrchens mit einem Innendurchmesser von 4 mm bis 6 mm, um erforderlichenfalls Kohlendioxid in den Kolben zu leiten. Ein 250-ml-Scheidetrichter mit Stopfen wird auf einem seitlichen Hals des Dreifachaufsatzes angebracht. Der andere seitliche Hals wird mit der Fraktionierkolonne verbunden, an die ein wirksamer, wassergekühlter Glaskühler und ein Auffangsystem angeschlossen sind. Es ist eine Duft- oder Vigreux-Fraktionierkolonne zu verwenden, die eine effektive Länge von 300 mm bis 400 mm und möglicherweise einen Vakuummantel hat. Zum Auffangsystem gehört ein Hahn, durch den die Hauptvorlage vom Kühler getrennt werden kann. Alle Anschlüsse sind mit Schlißverbindungen herzustellen.

5.3.2 Ölbad, das zum Erhitzen des Destillationskolbens geeignet und in der Lage ist, das Öl auf eine Temperatur von 180 °C zu erwärmen, und eine Hebeeinrichtung zum Anheben und Absenken des Bads.

5.3.3 Durchflussmessgerät mit einem Messbereich für frei strömendes Kohlendioxid von 0 ml bis 30 ml je Minute bei 15 °C und einem Druck von 20 kPa sowie mit einem Röhrchen für die Zufuhr von CO₂ (Bild 4).

5.3.4 Geeignete Einrichtung zur Druckminderung, z. B. Filterpumpe oder elektrisch betriebene Vakuumpumpe mit einem Druckmessgerät, das Drücke von etwa 10 kPa bis 100 kPa anzeigt.

5.3.5 Temperaturmessgerät mit einem Temperaturbereich von 100 °C bis 200 °C und einer Fehlergrenze von 0,5 °C.

6 Lösemittel und sonstige Materialien

6.1 Dichlormethan (Methylenchlorid) oder ein anderes geeignetes Lösemittel, wie z. B. 1,1,1-Trichlorethan, Benzen, Trichlorethylen, Xylen oder Toluol.

6.2 Rohvaseline oder Glycerol zum Abdichten der Schlißverbindungen.

6.3 Silikagel mit Siebdurchgang der Maschenweite 63 µm.

6.4 Kohlendioxid unter Druck in Gasflaschen, die mit Gasreglern ausgerüstet sind.

6.5 Poröse Tonscherben zur Vermeidung von Siedeverzug.

7 Durchführung

7.1 Extraktion des Bitumens und Entfernen unlöslicher Stoffe

7.1.1 Eine Probenmenge Asphalt, die ausreichend Bitumen für die Durchführung der Bindemittelprüfung(en) enthält, ist in einen geeigneten Behälter zu füllen, und es sind etwa 1 500 ml Dichlormethan (oder ein anderes geeignetes Lösemittel) und ausreichend Silikagel, um noch in der Probe vorhandenes Wasser zu absorbieren, zuzugeben. Der Behälterinhalt ist so lange zu schütteln, bis die Gesteinskörnungen gereinigt sind und das gesamte lösliche Bitumen gelöst ist.