

DIN EN 1431



ICS 75.140; 91.100.50

Einsprüche bis 2016-04-05
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN 1431:2009-07

Entwurf

**Bitumen und bitumenhaltige Bindemittel –
Bestimmung des Destillationsrückstandes und des Öldestillates von
Bitumenemulsionen mittels Destillation;
Deutsche und Englische Fassung prEN 1431:2016**

Bitumen and bituminous binders –

Determination of residual binder and oil distillate from bitumen emulsions by distillation;
German and English version prEN 1431:2016

Bitumes et liants bitumineux –

Détermination par distillation du liant résiduel et du distillat d'huile dans les émulsions de bitume;

Version allemande et anglaise prEN 1431:2016

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2016-02-05 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

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

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal des DIN unter www.entwuerfe.din.de 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 nmp@din.de möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/stellungnahme oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder in Papierform an den DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP), 10772 Berlin (Hausanschrift: 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 29 Seiten

DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN 1431:2016) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 336 „Bitumenhaltige Bindemittel“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom AFNOR (Frankreich) gehalten wird.

Das zuständige deutsche Gremium ist der Gemeinschaftsausschuss NA 062-03-32 GA „Bitumen; Prüfverfahren und Anforderungen für die Bindemittel“ in den DIN-Normenausschüssen Materialprüfung (NMP) und Bauwesen (NABau).

Um Zweifelsfälle in der Übersetzung auszuschließen, ist die englische Originalfassung der prEN 1431 beigelegt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen Text.

Änderungen

Gegenüber DIN EN 1431:2009-07 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Streichung des Quecksilberthermometers als Referenzgerät;
- b) Berechnung des Öldestillats zusätzlich als Massenanteil in Prozent aufgenommen.

Bitumen und bitumenhaltige Bindemittel — Bestimmung des Destillationsrückstandes und des Öldestillates von Bitumenemulsionen mittels Destillation

Bitumes et liants bitumineux — Détermination par distillation du liant résiduel et du distillat d'huile dans les émulsions de bitume

Bitumen and bituminous binders — Determination of residual binder and oil distillate from bitumen emulsions by distillation

ICS:

Deskriptoren

Dokument-Typ: Europäische Norm

Dokument-Untertyp:

Dokument-Stage: CEN-Umfrage

Dokument-Sprache: D

STD Version 2.7g

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Begriffe	4
4 Kurzbeschreibung	4
5 Reagenzien und Materialien	5
6 Prüfeinrichtung	5
7 Probenahme	6
8 Durchführung	6
9 Berechnung	7
10 Angabe der Ergebnisse	8
11 Präzision	8
11.1 Wiederholpräzision	8
11.2 Vergleichpräzision	8
12 Prüfbericht	8
Anhang A (informativ) Eigenschaften des Thermometers	12
Literaturhinweise	13

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN 1431:2016) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 336 „Bitumenhaltige Bindemittel“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom AFNOR gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur CEN-Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wird EN 1431:2009 ersetzen.

Die wesentlichen technischen Änderungen sind:

- Abschnitt 3.2: da sich EN 13808:2013 nun klar auf den Bindemittelrückstand nach Destillation bezieht, ist die Anmerkung nicht länger nötig und wurde entfernt.
- Abschnitt 5.2: alternative basische Lösungen neben Natriumhydroxid sind erlaubt.
- Abschnitt 6.4: Quecksilberstabthermometer wurden durch Temperaturmessgeräte ersetzt, die eine ähnliche Temperaturbestimmung erlauben. Anhang A (Eigenschaften des Quecksilberstabthermometers) wird informativ.
- Abschnitte 8.5 bis 8.8: am Ende der Destillation ist der Rückstand ungeachtet des nächsten Schrittes abzukühlen. Falls das verbliebene Bindemittel weiter für die Vorbereitung von Untersuchungsproben verwendet wird, muss es nach EN 12594 wieder erwärmt werden (und nicht auf 260 °C wie in EN 1431:2009).
- Abschnitte 9 und 10: wie das verbleibende Bindemittel wird auch das Öldestillat als Massenanteil in Prozent angegeben. Die Gleichung durch die der Massenanteil in Prozent vom Volumenanteil in Prozent erhalten wird wurde in Abschnitt 9 hinzugefügt. Andere Verfahren als EN ISO 3838 oder vom Hersteller zur Verfügung gestellte Werte dürfen zur Bestimmung der Dichte des Öldestillats verwendet werden.

1 Anwendungsbereich

Diese Europäische Norm legt ein Verfahren zur quantitativen Bestimmung des verbleibenden Bindemittels und des Öldestillates in Bitumenemulsionen fest.

Das Verfahren kann auch angewendet werden, um den Rückstand und das Öldestillat für weitere Prüfungen zu erhalten.

ANMERKUNG Die an den mit diesem Verfahren gewonnenen Materialien ermittelten Stoffeigenschaften gleichen nicht notwendigerweise denen der Ausgangsstoffe, aus denen die Emulsion hergestellt wurde; dies gilt besonders für polymermodifizierte, verschnittene und gefluxte bitumenhaltige Bindemittel.

WARNUNG — Die Anwendung dieser Norm kann die Anwendung gefährlicher Stoffe, Arbeitsgänge und Geräte mit sich bringen. Diese Norm beansprucht nicht, alle damit verbundenen Sicherheitsprobleme zu behandeln. Es liegt in der Verantwortung des Anwenders dieser Norm, vor ihrer Anwendung geeignete Maßnahmen für die Sicherheit und den Gesundheitsschutz des Personals zu ergreifen, und dafür Sorge zu tragen, dass behördliche und gesetzliche Maßnahmen eingehalten werden.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente, die in diesem Dokument teilweise oder als Ganzes zitiert werden, sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. 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 58, *Bitumen und bitumenhaltige Bindemittel — Probenahme bitumenhaltiger Bindemittel*

EN 1425, *Bitumen und bitumenhaltige Bindemittel — Feststellung der äußeren Beschaffenheit*

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

ISO 565, *Test sieves — Metal wire cloth, perforated metal plate and electroformed sheet — Nominal sizes of openings*

EN ISO 4788, *Laborgeräte aus Glas — Messzylinder und Mischzylinder (ISO 4788)*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

3.1 Öldestillat

Kohlenwasserstoff-Fraktion, die unter den in diesem Prüfverfahren festgelegten Bedingungen destilliert und im Messzylinder aufgefangen wird

3.2 verbleibendes Bindemittel mittels Destillation

Rückstand von einer Bitumenemulsion nach dem Abdestillieren von Wasser und Öldestillat

4 Kurzbeschreibung

Wasser und Öldestillat werden aus einer Bitumenemulsion destilliert und in einen Messzylinder getrennt, sodass ein Rückstand von Bindemittel verbleibt.

5 Reagenzien und Materialien

5.1 Reinigungsmittel, wie sie im Labor üblicherweise verwendet werden.

5.2 Natriumhydroxidlösung, 40 g/l, oder ein andere geeignete basische Lösung.

6 Prüfeinrichtung

6.1 Destillationsapparat aus Aluminiumlegierung (siehe Bild 1) oder Stahl mit einer Höhe von (241 ± 5) mm, einem Außendurchmesser von (101 ± 1) mm und einer Wanddicke von $(3,2 \pm 0,2)$ mm, der mit einem Ringbrenner von (125 ± 5) mm Innendurchmesser ausgerüstet ist, der am inneren Umfang Löcher und drei geeignete Abstandshalter oder Führungsstifte besitzt, mit deren Hilfe die Zentrierung des Brenners um den Destillationsapparat sicherzustellen ist (siehe Bild 2).

Deckel (siehe Bild 1) von geeigneter Größe, der es ermöglicht, zwei Temperaturmessgeräte (6.4) durch einen Stopfen hindurch einzuführen, und mit einer Öffnung von geeignetem Durchmesser, um den Anschluss des Verbindungsrohrs ebenfalls über einen Stopfen zu ermöglichen.

ANMERKUNG Alle in 6.1 und in Bild 1 und Bild 2 angegebenen Toleranzen sind Herstellungstoleranzen für die Hersteller der Prüfeinrichtung. Für die Qualitätskontrolle haben Kalibrierungen/Verifizierungen in Bezug auf diese Toleranzen keine Gültigkeit.

Der Ringbrenner darf durch jedes alternative Heizgerät ersetzt werden, wenn die gleichen Temperatur- und Destillationsbedingungen erreicht werden. Im Streitfall muss der Referenz-Ringbrenner als Heizeinrichtung verwendet werden.

6.2 Verbindungsgerät, bestehend aus einem Verbindungsrohr aus Glas mit einem Durchmesser von (12 ± 1) mm, einem Schutzschild aus Metall und einem wassergekühlten Standard-Kühlerrohr aus Glas mit einer Ummantelung aus Metall oder Borosilikatglas (siehe Bild 3).

ANMERKUNG Für Einzelheiten zur Geräteanordnung des für die Prüfung zu verwendenden Destillationsapparates siehe Bild 3.

6.3 100-ml-Messzylinder mit einem Skalenteilungswert von 0,5 ml, der EN ISO 4788 entspricht.

6.4 Zwei Temperaturmessgeräte (die einen Messfühler und eine Ableseeinheit umfassen), die

- einen Temperaturbereich von mindestens 10 °C bis 300 °C haben;
- auf 1 °C oder weniger ablesbar sein; und
- eine Fehlergrenze von höchstens 1 °C haben

müssen.

Falls die geltenden nationalen Vorschriften dies zulassen, darf auch ein Quecksilber-Stabthermometer (das bisher, wie in Anhang A beschrieben, als Referenzthermometer verwendet wurde) eingesetzt werden.

Die Temperaturmessgeräte müssen in regelmäßigen zeitlichen Abständen kalibriert werden, um sicherzustellen, dass sie dieselben Werte liefern, die die Quecksilberthermometer liefern würden, wobei die im Vergleich zum Quecksilberthermometer geänderten Ansprechzeiten zu berücksichtigen sind.

Für dieses Prüfverfahren, bei dem im Verlauf der Prüfung steigende Temperaturen abgelesen werden, müssen dokumentierte Korrekturen im Voraus bestimmt und auf die Ablesungen angewendet werden.

6.5 Waage, die geeignet ist, 3 500 g auf 0,1 g zu wiegen.

- 6.6** Bunsenbrenner oder andere geeignete Heizvorrichtung.
- 6.7** Analysensieb, 300 µm, entsprechend R 40/3 nach ISO 565.
- 6.8** Übliche Laboreinrichtung und Glasgeräte.

7 Probenahme

Die Laboratoriumsprobe muss nach EN 58 entnommen und die Untersuchungsproben nach EN 12594 vorzubereitet werden. Es ist sicherzustellen, dass die Laboratoriumsprobe homogen und nicht verunreinigt ist (siehe EN 1425).

8 Durchführung

8.1 (200,0 g ± 0,1 g) der Emulsionsprobe werden in den zuvor (einschließlich Deckel, Klemme, Temperaturmessgeräten und Dichtungen, falls solche verwendet werden) gewogenen Destillationsapparat (6.1) eingewogen (A_m).

8.2 Zwischen dem Destillationsapparat und seiner Abdeckung wird für einen dichten Verschluss eine Dichtung aus Ölpapier oder eine Schliffverbindung verwendet. Die Abdeckung wird sicher auf dem Destillationsapparat befestigt.

8.3 In jede der beiden kleinen Öffnungen in der Abdeckung wird durch einen Korken oder einen Stopfen aus einem anderen geeigneten Material hindurch ein Temperaturmessgerät (6.4) eingesetzt. Die Temperaturmessgeräte werden so justiert, dass die Messspitze des einen Temperaturmessgeräts ($6,5 \pm 1,0$) mm und die des anderen (165 ± 2) mm vom Boden des Destillationsapparates entfernt ist.

8.4 Der Ringbrenner (6.1) wird (152 ± 2) mm über dem Boden des Destillationsapparates angebracht. Durch Entzünden des Ringbrenners und Einstellen einer kleinen Flamme wird der Destillationsapparat erwärmt. Außerdem wird das Verbindungsrohr mit einem Bunsenbrenner (6.6) ausreichend erwärmt, um Kondensation von Wasser in diesem Rohr zu verhindern.

Die Position der Ringbrennerflamme zu Beginn der Prüfung ist veränderlich. Sie kann angehoben werden, um die Gefahr des Übersäumens zu vermeiden oder für Emulsionen, die kein Lösemittel enthalten, auf die Mitte des Destillationsapparates abgesenkt werden. Eine plötzliche Änderung der Temperaturanzeige des oberen Thermometers zeigt Schaum am Thermometergefäß an; in diesem Fall sollte die Wärmezufuhr verringert werden, bis die Schaumbildung aufhört.

8.5 Die Stellung des Ringbrenners wird von Zeit zu Zeit nachgestellt, sodass während der gesamten Durchführung eine gleichmäßige Destillation abläuft. Wenn die Anzeige am unteren Temperaturmessgerät 215 °C erreicht, wird der Ringbrenner abgesenkt, bis die Anzeige des Temperaturmessgerätes (260 ± 5) °C beträgt. Die Temperatur wird 15 min auf diesem Wert gehalten.

Die gesamte Destillation wird innerhalb von (60 ± 15) min nach der ersten Wärmeeinwirkung abgeschlossen.

8.6 Nach dem Ende der Erwärmungsphase und vor dem Wiegen werden der Destillationsapparat und das Zubehör abgekühlt. Der Destillationsapparat und das Zubehör werden gewogen, und die Masse des Rückstandes nach Destillation, B_m , wird bestimmt.

8.7 Das Volumen, D , des Öldestillates im Messzylinder (6.3) wird auf 0,5 ml genau aufgezeichnet.

Zur Verbesserung der Trennung von Wasser und Öl dürfen den Destillaten von kationischen Emulsionen 5 ml Natriumhydroxidlösung oder einer anderen geeigneten basischen Lösung (5.2) zugegeben werden.

Falls gefordert, wird das Öldestillat für eine Identifizierung aufbewahrt.

8.8 Für die weitere Verarbeitung des verbliebenen Bindemittels wird der Destillationsapparat nach den Angaben von EN 12594 wieder erwärmt. Danach wird die Abdeckung vom Destillationsapparat abgenommen. Der Rückstand wird gerührt und sofort durch ein Analysensieb mit einer Maschenweite von 300 µm (6.7) gegeben, das vor Benutzung auf die gleiche Temperatur erwärmt wurde. Zur Durchführung der weiteren geforderten Prüfungen werden ausreichende Mengen des Rückstandes in geeignete Formen und Gefäße gefüllt. Die Formen und Gefäße werden für die gewünschte Untersuchung des Rückstandes vorbereitet, wie in EN 12594 beschrieben, und danach wird den Anforderungen des jeweiligen europäisch genormten Prüfverfahrens entsprechend mit dem jeweiligen auf das Umfüllen folgenden Schritt fortgefahren.

ANMERKUNG Wird bei der Wiedererwärmung eine zu niedrige Temperatur angewendet, so führt dies zu Problemen beim Gießen einer angemessen homogenen Untersuchungsprobe.

9 Berechnung

Der Anteil des nach der Destillation verbleibenden Bindemittels, r , wird als Massenanteil in Prozent nach folgender Gleichung berechnet:

$$r = \frac{B_m}{A_m} \times 100 \quad (1)$$

Dabei ist:

A_m die Masse der Emulsionsprobe, in Gramm (siehe 8.1);

B_m die Masse des Rückstands nach Destillation, in Gramm (siehe 8.6).

Als **Volumenanteil in Prozent** wird das Öldestillat o_v nach folgender Gleichung berechnet:

$$o_v = \frac{D \cdot \rho_e}{A_m} \times 100 \quad (2)$$

Dabei ist:

D das Volumen des Öldestillates, in Milliliter (siehe 8.7);

ρ_e die Dichte der Emulsion, in g/ml.

ANMERKUNG Die Dichte der Emulsion ρ_e wird bei 15 °C als gleich 1 000 kg/m³ (1 g/ml) angenommen.

Als **Massenanteil in Prozent** wird das Öldestillat o_m nach folgender Gleichung berechnet:

$$o_m = o_v \cdot \rho_0 \quad (3)$$

Dabei ist:

ρ_0 die Dichte des Destillats, in g/ml.

Die Dichte des Öldestillats darf nach EN ISO 3838 oder einem anderen geeigneten Verfahren bestimmt werden. Falls die Dichte auf diese Weise nicht bestimmt werden kann, darf ein Wert von 0,850 angenommen oder, sofern bekannt, der vom Hersteller des Öldestillats angegebene Wert verwendet werden. Die Art und Weise, wie der Dichtewert bestimmt wurde, muss im Prüfbericht angegeben werden (siehe Abschnitt 12).

Der Bindemittelgehalt der Emulsion wird als Massenanteil des verbleibenden Bindemittels zuzüglich des Massenanteils des Öldestillats in Prozent berechnet.