

Intern rapport nr. 1326

Gjenvinning av bitumen med Rotasjonsfordamper

April 1987

Veglaboratoriet

Intern rapport

nr. 1326

Gruppe: C

GJENVINNING AV BITUMEN MED
ROTASJONSFORDAMPER

Vegdirektoratet
Veglaboratoriet

Gaustadalleen 25, Postboks 6390 Etterstad, Oslo 6 Tlf. (02) 63 99 00



Veglaboratoriets Interne rapporter omfatter utredninger, forskningsresultater, studiebesøk, forslag til retningslinjer, foredrag og kurskompendier.

Rapportene er delt i to grupper:

- B: For bruk innen Statens vegvesen
- C: For fri distribusjon

Innholdet eller deler av det må ikke publiseres videre uten tillatelse fra Veglaboratoriet.

prosjekt/oppdrag:

seksjon: 44 - Asfalt og kjemi

saksbehandler: T. Jørgensen, A.H. Abdi / BN

dato: April 1987

111	A	Rapportstatus*) N	Seksjon/fylke Asfalt	Prosjekt	Gruppe: C	nr. 1326
-----	---	----------------------	-------------------------	----------	--------------	----------

1 2 3 4 5 21 31 41 51 61 71

TITTEL	212	A	Gjenvinning av bitumen med rotasjonsfordamper			
--------	-----	---	---	--	--	--

SAKS-BEHANDLER	221	A	Navn T. Jørgensen	Institusjon Veglaboratoriet		
		B	A.H. Abdi	"		
		C				

RAPPORT DATA	421	A	Rapporttype**) FoU	Dato April 1987	Erstatter rapport nr:		
		B	Totalt sidetall 20	Språk Norsk			
		C	Antall fotos	Ant. figurer 6	Ant. tabeller 13	Ant. litt.henv. 2	
		D	Sammendrag i andre språk				

SAMMENDRAG	511	A	<p>Rapporten beskriver en metode for gjenvinning av bitumen i asfaltmasse. Bindemidlet ekstraheres først ut av massen med metylenklorid, og blir deretter gjenvunnet ved å destillere av løsemidlet med rotasjonsfordamper.</p> <p>I metodeutviklingen er forskjellige betingelser som temperatur, vakuum, rotasjonshastighet og varighet for destillasjonen blitt optimalisert. Dette for at bitumenet i størst mulig grad skal kunne gjenvinnes uten å endre egenskaper.</p> <p>Metoden er utprøvd på flere bitumengrader med tilfredsstillende resultat. Det anbefales likevel at en kjører "kontroll"-gjenvinning av kjente prøver for å optimalisere sin egen apparatur.</p> <p>Ved å redusere destillasjonstemperaturen kan også myk bitumen og vegolje gjenvinnes med rotasjonsfordamper.</p>			
------------	-----	---	--	--	--	--

FAG-OMR.	611	A	Bindemidler	IRRD kode 31.1
		B		
		C		
NØKKELOD	621	A	Bitumen	4963
		B	Destillasjon	7162
		C	Bituminøse materialer	4955
		D		
		E		
		F		
		G		
		H		

*) 111A: N = ny O = oppdatert
 **) 421A: FoU = forskning og utvikling K = konferansebidrag O = oppdrag A = artikkel F = forskrifter/normaler

11-86

GJENVINNING AV BITUMEN MED ROTASJONSFORDAMPER

INNHOOLD

1. INNLEDNING
2. ERFARINGER MED ANDRE METODER
3. APPARATUR TIL NY METODE
 - 3.1 Ekstraksjon
 - 3.2 Rotasjonsfordamper
 - 3.3 Valg av ekstraksjonsmiddel
4. METODEUTVIKLING
 - 4.1 Forsøksparametre
 - 4.2 Innledende forsøk
 - 4.3 Inndampning
 - 4.4 Destillasjon
 - 4.5 Effekt av lagring i metylenklorid
 - 4.6 Effekt av bitumenmengde
 - 4.7 Gjenvinning av forskjellige bitumenkvaliteter
5. DISKUSJON AV RESULTATER
6. GJENVINNING AV MYK BITUMEN
7. GJENVINNING AV VEGOLJE
8. SLUTTKOMMENTARER

1. INNLEDNING

Det er iblandt behov for å gjenvinne bindemidlet fra prøver av asfaltdekker - enten for å følge bindemidlets oppherding i veien eller for å finne årsaken til dekke-skader. Bitumenet må da først ekstraheres fra asfaltmassen med et egnet løsemiddel, som deretter fjernes ved en destillasjon.

Veglaboratoriet har i flere år benyttet Absons metode (ASTM D1856) med metylenklorid som ekstraksjonsmiddel (1). Denne metoden gir pålitelige resultater, men er tidkrevende og innebærer en viss risiko for uhell.

Det er tidligere blitt utviklet en metode for gjenvinning av vegolje og bitumenløsning fra metylenklorid på Veglaboratoriet (2).

En rotasjonsfordamper (Rotavapor) ble brukt til å destillere av ekstraksjonsmidlet. Destillasjon med rotasjonsfordamper og undertrykk går betydelig raskere enn med Absons metode. Denne krever en forutgående inndampning til passende mengde ekstrakt, og innebærer større risiko for overkoking.

Hensikten med denne undersøkelsen er å finne betingelser for gjenvinning av bitumen med rotasjonsfordamper. Det er også undersøkt om myk bitumen og vegolje kan gjenvinnes ved å modifisere betingelsene noe.

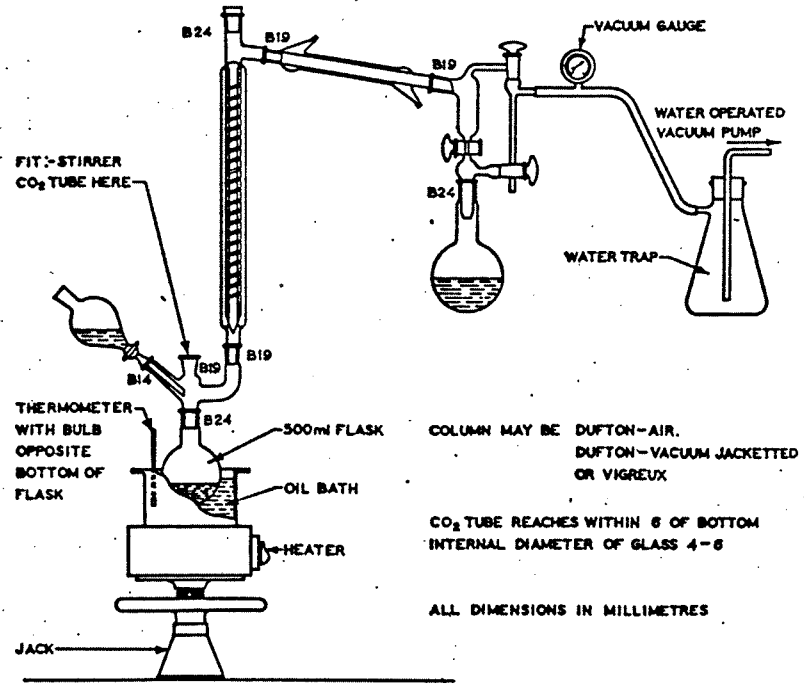
2. ERFARINGER MED ANDRE METODER

Gjenvinning av bitumen er beskrevet i flere standarder. I IP 105 (Institute of Petroleum) og B.S.598 (British Standards Institution) benyttes karbondisulfid til ekstraksjonen. Apparaturen er vist i figur 1.

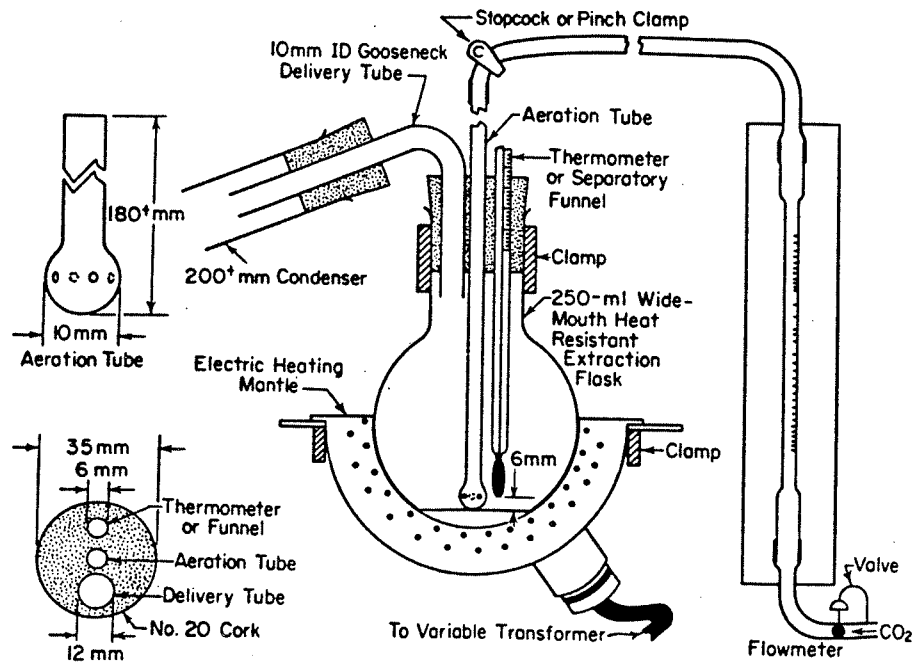
I Absons metode - ASTM D1856 (American Society for Testing and Materials) brukes benzen eller trikloretylen som ekstraksjonsmiddel. Veglaboratoriet bruker her metylenklorid. Apparaturen er vist i figur 2.

I DIN 1996 Teil 6 (Deutsche Normen) brukes toluen eller trikloretylen. Gjenvinningen kan utføres enten på en rotasjonsfordamper (figur 3) eller med en destillasjonsoppsats (figur 4) sistnevnte metode benyttes ved tvister.

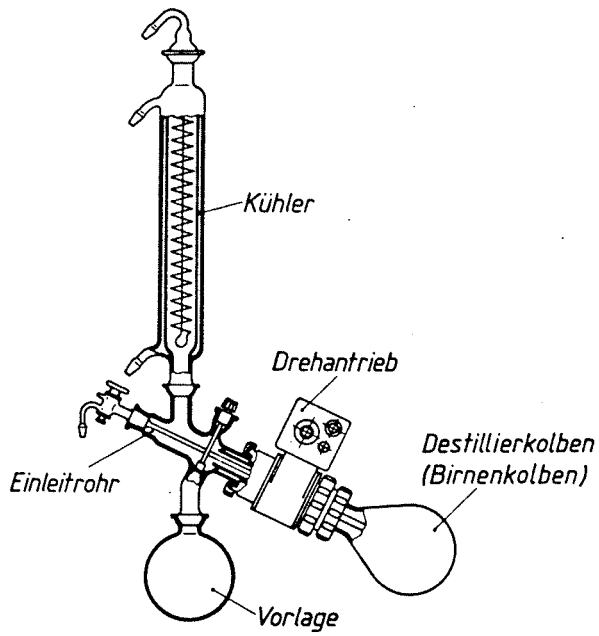
En del viktige parametre for disse metodene er oppført i tabell I.



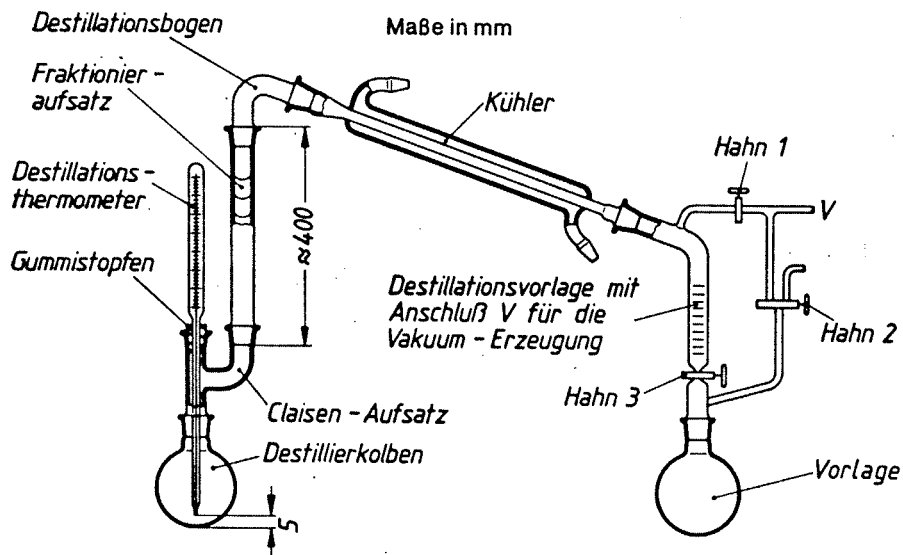
Figur 1. Gjenvinning av bitumen etter IP 105 og B.S.598 .



Figur 2. Gjenvinning av bitumen etter ASTM D1856.



Figur 3. Gjenvinning av bitumen etter DIN 1996 Teil 6, med rotasjonsfordamper.



Figur 4. Gjenvinning av bitumen etter DIN 1996 Teil 6, med destillasjons- oppsats.

Tabell I Metodebetingelser for noen gjenvinningsmetoder.

Metode	Ekstraksjonsmiddel	Bitumenmengde g	Siste destillasjonstr.			Annet
			Temp. °C	Trykk mm Hg	Varighet min	
IP 105	Karbondisulfid	170 - 230	175	160	45	Kullsyre- gass tilføres
B.S.598	Karbondisulfid	ca. 100	150	50-55	10	Kullsyre- gass tilføres
ASTM D1865	Benzen Trikløretylen	75 - 100	160- 166	760	10-15	Kullsyre- gass tilføres
ASTM D1856 Veglab	Metylenklorid	75 - 100	160- 166	760	15	Kullsyre- gass tilføres
DIN 1996 T6 Rotasj. ford.	Toluen Trikløretylen	> 30	175 ±5	11-19	10	
DIN 1996 T6 Dest.app	Toluen	> 30	185 ±5	11-19	10	Kokstein

Oppløst bitumen vil gradvis bli hardere og i metodebeskrivelsene settes det grenser for hvor lenge bindemidlet kan være i løsning.

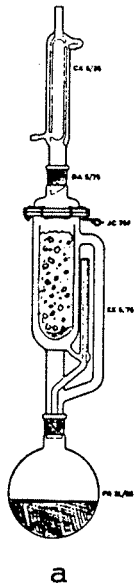
I IP105 (karbondisulfid) må gjenvinning finne sted i løpet av 30 timer I ASTM D 1856 (benzen, trikløretylen) må ekstraksjon og gjenvinning være fullført i løpet av 8 timer. I DIN 1996 (toluen, trikløretylen) får ikke kontakttiden med løsemidlet være mer enn 24 timer.

Disse tidsbegrensningene krever altså at ekstraksjon og gjenvinning kan gjennomføres i løpet av 1 - 2 arbeidsdager.

3. APPARATUR TIL NY METODE

3.1. Ekstraksjon

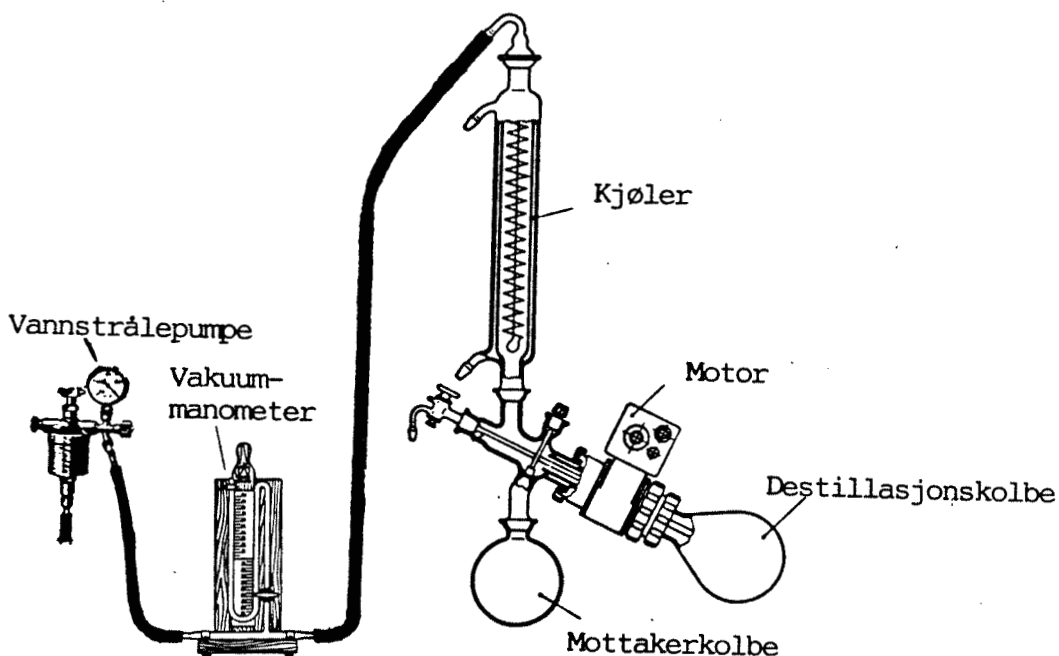
Til ekstraksjon av bindemidlet fra asfaltprøver ble både soxhlet-oppstilling og filtersentrifuge (fig. 5) benyttet. Det er også mulig å benytte andre ekstraksjonsmetoder. Uansett metode må en sørge for å fjerne filleren fra ekstraktet, dette gjøres ved sentrifugering (15. min ved 4500 r.p.m).



Figur 5. Ekstraksjonsutstyr. Soxhlet-oppstilling (a).
Filtersentrifuge (b).

3.2 Rotasjonsfordamper

Til forsøkene ble en Rotavapor EL/S med standard kjøler benyttet. Termostatbadet var et oljebad ($30 - 180^{\circ}\text{C}$). Vakuum ble laget med en vannstrålepumpe med manometer og tilbakeslagsventil. Riktig trykk ble avlest med et Bennert kvikksølvmanometer (0-100 mm Hg). Apparatoppstillingen er vist i figur 6.



Figur 6. Apparaturl. Gjenvinning av bitumen med rotasjonsfordamper.

3.3 Valg av ekstraksjonsmiddel

Ekstraksjonsmidlet må kunne løse bitumenet fullstendig. Det må være forholdsvis rasktvirkende, må ikke være reaktivt og må kunne fjernes ved destillasjon. Flere gode løsemidler som benzen, toluen, karbondisulfid, kloroform og trikloretylen vil man helst unngå p.g.a. helse- og brannfare.

Metylenklorid ble valgt fordi det er et effektivt løsemiddel, har lavt kokepunkt, er ikke brennbart og ikke fullt så helsefarlig som de overnevnte løsemidlene.

I tabell II er koke- og flammepunkt på en del løsemidler ført opp.

Tabell II Koke- og flammepunkt på løsemidler.

	Kokepunkt, °C	Flammepunkt, °C
Metylenklorid	40	ikke brennbar
1,1,1 - Trikloretan	74	"
Trikloretylen	87	"
Tetrakloretylen	121	"
Benzen	80	- 11
Toluen	111	6
Karbondisulfid	46	- 20

4. METODEUTVIKLING

4.1 Forsøksparametre

Analysebetingelsene ble utprøvd ved å løse bitumen i metylenklorid og deretter destillere av løsemidlet. Penetrasjon og viskositet ble målt på originalt og gjenvunnet bitumen. Målet var å få igjen de originale bindemiddelegenskapene på gjenvunnet materiale, samt å se hvor store marginer metoden har.

Forskjellige forhold som ble undersøkt er:

a) Prøvemengde:

Av 1300 g asfalt vil en kunne ekstrahere ca. 75 g bitumen. En ønsker at metoden skal passe til en bindemiddelmengde på 50 - 100 g som er tilstrekkelig for å måle viskositet og penetrasjon.

b) Inndampning:

Etter ekstraksjonen vil man ha en tynn oppløsning (1 - 4 liter) som må dampes inn relativt hurtig. Temperatur, rotasjonshastighet og undertrykk har stor betydning. Bruk av undertrykk vil føre til tap av løsemiddel gjennom vakuumpumpa.

c) Destillasjonsbetingelser:

Temperatur, trykk, rotasjonshastighet og varighet av det siste destillasjonstrinnet ble optimalisert. Metoden skal passe til forskjellige bitumenkvaliteter og små avvik i forsøksbetingelsene må ikke gi store utslag i resultatene. Destillasjonen må verken være så hard at prøven herdes opp eller så mild at løsemiddel blir igjen i bindemidlet.

d) Oppherding:

Når bitumen lagres i metylenklorid eller andre løsemidler, vil det gradvis bli hardere. Hvilke reaksjoner som er årsaken til dette er ikke undersøkt. Effekten av lagringstid i metylenklorid ble undersøkt. Dette var nødvendig for å avklare hvor lang tid ekstraksjon og gjenvinning kan ta uten at resultatene blir svært usikre.

4.2 Innledende forsøk

Det ble tatt utgangspunkt i metoden for gjenvinning av vegolje/bitumenløsning (1). Inndampning av ekstraktet skjedde ved 80°C og med rotasjonshastighet 125 omdr./min. på rotavaporen. Når mesteparten av metylenkloriden er dampet av, settes trykket til 20 mm Hg og vakuumdestillasjonen pågår i 15 min ± 10 sek (tid tas med stoppeklokke). Destillasjonstemperatur og -varighet hadde stor betydning ved gjenvinning av vegolje og bitumenløsning.

I de innledende forsøkene ble 100 g bitumen (B60 og B250) løst i 250 ml metylenklorid og deretter gjenvunnet ved forskjellige destillasjonstemperaturer ved ca. 20 mm Hg og 100 omdr./min. Destillasjonstida var 20 min.

Penetrasjon og viskositet ble målt på "opprinnelig" og gjenvunnet bitumen. Det ble også gjort en "tørrdestillasjon" av 100 g bitumen som ikke ble oppløst på forhånd. Forsøksresultatene er vist i tabell III.

Tabell III. Resultater fra innledende forsøk med gjenvinning av bitumen.

Bitumen	Opprinnelig bitumen		Gjenvunnet bitumen			
	Pen. 25 ⁰ C 0,1 mm	Visk. 60 ⁰ C Ns/m ²	Dest. temp C	Pen. 25 ⁰ C 0,1 mm	Visk. 60 ⁰ C Ns/m ²	
B60 (I)	48	523	80 120 140 (160)	78 57 49 (47)	347 576 719 (550) — —	Absons metode
B60 (II)	49	384	130 140 150 (140)	45 44 44 (48)	411 418 407 (407) — —	Prøven ikke oppløst
B 250	248	38	130 140 150 (140)	225 226 223 (234)	39 45 41 (38) — —	Prøven ikke oppløst

Det var noe vanskelig å holde stabilt trykk på 20 mm Hg, særlig i begynnelsen av vakuumdestillasjonen. Trykket ble justert manuelt med en slangeklemme.

Resultatene viser at bitumen kan gjenvinnes i temperaturintervallet 130 - 150°C uten for store avvik i penetrasjonsverdien. Viskositeten endrer seg mer enn penetrasjonen.

Det lave trykket (20 mm Hg) medfører at destillasjonen må skje ved relativt lav temperatur (140°C) for at ikke flyktige bitumenkomponenter skal drives ut. For harde bitumengrader kan det by på problemer å drive ut all metylenkloriden ved denne temperaturen slik at gjenvunnet materiale blir for mykt.

I det videre arbeid ble destillasjonstemperaturen økt for å lette utdriving av løsemiddel. En ny vannstrålepumpe med manometer og tilbakeslagsventil, gjorde det enklere å stille inn og holde riktig trykk (figur 6.).

4.3 Inndampning

En ønsker så rask og så sikker inndampning av ekstraktet som mulig. Betingelsene ble funnet ved å destillere rein metylenklorid og bitumen løst i metylenklorid ved forskjellig temperatur og rotasjonshastighet. Inndampningstida er tida fra kolben senkes i oljebadet og til det slutter å dryppe fra kjøleren. Temperaturen i oljebadet ble målt med termometer 3 - 5 cm nede i olja.

Støtkoking unngås ved at kolben roterer hele tiden fra den settes i badet til avsluttet destillasjon. Inndampningen kan dermed skje ved oljebadtemperaturer langt over kokepunktet til metylenklorid. Kolben bør ikke være mer enn 3/4 full, og stilles i oljebadet så over halvparten er nedsenket. Mer ekstrakt kan eventuelt tilføres gjennom innføringsrøret ved hjelp av et svakt undertrykk. I tabell IV er inndampningstid ved ulike apparatinnstillinger gitt.

Tabell IV. Inndampningstider for metylenklorid.

Rotasjons- hastighet omdr./min.	Oljebad- temperatur °C	Inndampningstid	
		250 ml met.klorid. min.	100 g B370 + 500 ml met.klorid. min.
125	70	13.30	-
	80	10.00	-
	90	7.45	15.10
	100	7.15	13.05
150	70	10.30	-
	80	7.30	-
	90	6.30	13.40
	100	5.30	11.15

For det videre arbeid ble 90⁰ C og 150 omdr./min. valgt ved inndampning. Ved 100⁰ C øker faren for støtkoking, ved høyere rotasjonshastighet øker risiko for sprut fra termostatbadet. Inndampningen kan gå enda raskere ved bruk av undertrykk, men samtidig øker faren for støtkoking.

4.4 Destillasjon

Etter inndampningstrinnet blir temperaturen i oljebadet økt til endelig destillasjonstemperatur (160 eller 165⁰ C). Dette tar ca. 15 min. Ved utprøving av sluttdestillasjonen ble 75 g B85 løst i 250 ml metylenklorid (2 t lagring) og deretter gjenvunnet ved forskjellige trykk, temperaturer, rotasjonshastighet og destillasjonstid. Under temperaturøkningen var rotasjonshastigheten 150 omdr./min. Resultater er oppført i tabell V.

Tabell V. Utprøving av destillasjonsbetingelser.

Dest. temp °C	Trykk mmHg	Rotasj.hast. omdr./min.	Dest.tid min	Pen 25 ⁰ C 0,1 mm	Visk. 60 ⁰ C Ns/m ²
-	-	-	-	88	182
160	90	150	10	84	-
	90	100	10	89	201
165	360	150	15	115	-
	"	100	15	117	143
	90	100	10	68	358
	75	150	15	69	326
	75	100	15	78	-

Etter disse forsøkene ble følgende betingelser valgt for gjenvinningsmetoden:

Inndampning: 90⁰ C, 150 omdr./min.

Temperaturøkning: 90 - 160⁰ C, 150 omdr./min.

Sluttdestillasjon: 160⁰ C, 100 omdr./min. 90 mm Hg, 10 min ± 10 sek.

Destillasjonstida kontrolleres med stoppeklokke som startes når trykket er kommet ned i 90 mm Hg. Mottakerkolben tømmes før sluttdestillasjonen og ventilen til denne stenges. Dermed kan vakuemet oppnås raskere.

Etter at 10 min er gått, slippes luft inn i systemet. Destillasjonskolben heves fra oljebadet. Ventilen til mottakerkolben åpnes og vannstrålepumpa slås av. Bindemidlet må straks overføres til beger e.l. mens det fortsatt er lettflytende.

4.5 Effekt av lagring i metylenklorid

Oppherding i metylenklorid ble undersøkt ved å løse 75 g B180 i 250 ml metylenklorid og foreta gjenvinning etter: 30 min, 1 døgn og 3 døgn. Resultatene er vist i tabell VI.

Tabell VI. Oppherding av B180 i metylenklorid.

Lagringstid	B180 (Neste)		B180 (Norol)	
	Pen. 25 ⁰ C 0,1 mm	Visk. 60 ⁰ C Ns/m ²	Pen. 25 ⁰ C 0,1 mm	Visk. 60 ⁰ C Ns/m ²
Original prøve	158	71,4	162	79,5
30 min.	158	77,3	155	84,4
1 døgn	148	102	142	104
3 døgn	133	106	132	121

Viskositetsøkningen og penetrasjonsreduksjonen er betydelig allerede etter 1 døgn lagring. Etter 30 minutters lagring er penetrasjonen tilfredsstillende. B180 (Norol) herder noe mer opp etter 30 min. enn B180 (Neste), trolig p.g.a. høyere andel flyktige komponenter (har større vekttap ved T.F.O.T). Dette forsøket viser at ekstraksjon og gjenvinning må gjennomføres i løpet av en arbeidsdag (8 t) for å unngå betydelig oppherding.

4.6 Effekt av bitumenmengde

Effekt av bitumenmengde ble undersøkt ved å løse 50, 75 og 100 g B180 i 250 ml metylenklorid og deretter foreta gjenvinning. Penetrasjon og viskositet ble målt. Resultatene er gitt i tabell VII.

Tabell VII. Effekt av bitumenmengde.

Mengde løst g	B180 (Neste)		B180 (Norol)	
	Pen 25 ⁰ C 0,1 mm	Visk. 60 ⁰ C Ns/m ²	Pen. 25 ⁰ C 0,1 mm	Visk. 60 ⁰ C Ns/m ²
Original prøve	158	71,4	162	79,5
50	154	76,1	154	88,1
75	158	77,3	164	82,3
100	165	73,4	158	87,2

Bitumenmengden ser ut til å ha en viss effekt. Mengdeavhengigheten kan skyldes at bindemiddel-filmtykkelsen i den roterende kolben øker med prøvemengden og gjør det vanskeligere å drive ut løsemidlet. Avvikene er likevel relativt beskjedne så metoden vil kunne brukes når prøvemengden er 50 - 100 g.

4.7 Gjenvinning av forskjellige bitumenkvaliteter

Det er forholdsvis store forskjeller både i mengde flyktige komponenter og i viskositet ved destillasjonstemperaturen (160°C) for forskjellige bitumenkvaliteter. Hvis viskositeten er høy, er utdriving av løsemidlet vanskelig. Hvis bitumen-kvaliteten inneholder flyktige komponenter, kan destillasjonen bli for hard.

Viskositet ved 160°C (estimert) for en rekke bitumengrader er gitt nedenfor.

	B60	B85	B180	B250	B370
Kinematisk viskositet (160°C), mm^2/s :	150	80	60	50	45

Ulike bitumenkvaliteter fra forskjellige leverandører ble gjenvunnet for å gi et bilde av metodens anvendelighet.

Bitumenprøver (75 g) ble løst i 250 ml metylenklorid og etter 1 time gjenvunnet. Penetrasjon og viskositet ble målt på gjenvunnet materiale. Resultatene er vist i tabell VIII.

Tabell VIII. Gjenvinning av forskjellige bitumenkvaliteter.

	Original bitumen		Gjenvunnet bitumen						Rel. avvik (%)	
	Pen. 25°C 0.1 mm	Visk. 60°C Ns/m^2	Pen. (25°C), 0.1 mm			Visk. (60°C), Ns/m^2			Pen	Visk.
			I	II	\bar{X}	I	II	\bar{X}		
B60	46	831	(47	49)	48	(881	752)	817	4.3	-1.7
B85 (Nynäs)	75	237	(77	77)	77	(279	-)	279	2.6	1.8
B85 (Island)	88	172	(88	90)	89	(1922	-)	192	1.1	12
B180 (Norol)	162	79.5	(164	-)	164	(82.3	-)	82.3	1.2	3.5
B180 (Neste)	158	71.4	(156	162)	159	(-	77.3)	77.3	0.6	8.3
B250	230	40.7	(209	200)	205	(43.2	47.1)	45	-11	11
B370	314	31.7	(310	301)	306	(33.6	34.9)	34	-2.9	7.3
B370 e/T.F.O.T	158	87.5	(156	-)	156	(89	-)	89	-1.3	1.7

Resultatene viser at en får igjen så godt som samme penetrasjonsverdi etter gjenvinning, med unntak av B250 og B370 som blir noe hardere. Verdiene (unntatt B250 og B370) ligger innenfor det tillatte avvik mellom to prøver ved penetrasjonsmåling. Viskositeten endrer seg noe mer ved gjenvinning og blir høyere. Avviket er større enn det tillatte mellom to prøver ved måling av absolutt viskositet (maksimalt 7 % tillates).

Ved gjenvinning av varmblandet asfalt er bindemidlet på forhånd herdet noe opp. For å undersøke en "realistisk" prøve ble residiet av en B370 etter Thin Film Over Test (5 t ved 163°C) undersøkt. Det ble målt penetrasjon og viskositet på den ene halvparten. Den andre ble løst i metylenklorid og gjenvunnet på vanlig måte. Penetrasjon og viskositet ble målt på gjenvunnet residium. Resultatene viser en betydelig oppherdning etter T.F.O.T. (ca. 50 % på penetrasjonsverdien, vekttapet var 1,02 %). Gjenvunnet residium fikk derimot igjen så godt som samme penetrasjon og viskositet (se tabell VIII).

5. DISKUSJON AV RESULTATER

Under metodeutprøvingen var bindemidlet i løsning i ca 1 time. Ved ekstraksjon av en reell asfaltprøve med en etterfølgende sentrifugering, kan oppholdstida i metylenklorid bli opptil 3 - 4 timer. En må da regne med noe mer oppherding enn angitt pga. lengre lagringstid i metylenklorid. Lagring i mer enn 8 timer vil medføre en altfor stor oppherdning. Oppherdninga skyldes hovedsaklig kjemiske reaksjoner, men avdestillering av flyktige bitumenkomponenter kan også bidra noe.

Ved gjenvinning av T.F.O.T. residiet var det godt samsvar mellom penetrasjon og viskositet. Ved å undersøke T.F.O.T. residier til flere bitumenkvaliteter vil en finne om dette gjelder generelt. Viskositetsøkningen på gjenvunnet "aldret" materiale bør undersøkes spesielt; det kan se ut til at viskositeten ikke endres særlig på slike prøver.

Foreløpig ser penetrasjonsmåling ut til å være den best egnede testen på gjenvunnet bitumen. Bindemidlet i asfaltprøver kan være ulikt oppherdet og føre til variasjoner i penetrasjonsverdi ved gjenvinning. Eksempler på varierende oppherdingsforhold er:

- produksjonstemperatur
- lagringstid, transportlengde for den varme massen
- Værforhold (sol, skygge, temperatur)
- Korngradering, hulrom, bindemiddelinhold
- Dybde i asfaltlaget

Presisjonen til gjenvinningsmetoden er ikke undersøkt spesielt, men vår erfaring er at den er rimelig god. En ulempe er at metoden kan være noe operatørvhengig. Dette forholdet kan bedres ved å benytte en automatisk trykkregulator, men fordyrer samtidig apparaturen.

Metylenklorid ble benyttet særlig pga. lavt kokepunkt. Alternative løsemidler (f.eks. 1,1,1-trikloretan) kan trolig benyttes, men da må destillasjonsbetingelsene optimaliseres på nytt. En må regne med en oppherding av bindemidlet også med andre løsemidler enn metylenklorid.

6. GJENVINNING AV MYK BITUMEN

Myk bitumen inneholder mer flyktige komponenter enn bitumen og sluttdestillasjonen må skje ved lavere temperatur for at disse ikke skal drives ut. Samtidig må en sikre seg mot at høy viskositet gjør utdriving av løsemidlet vanskelig. Viskositeten til MB 6000 ved forskjellige temperaturer er gitt nedenfor:

Temperatur, °C	MB 6000			
	60	100	120	140
Kinem. viskositet, mm ² /s	6900	350	130	52

i disse forsøkene ble en MB 6000 benyttet. 75 g prøve ble løst i 250 ml metylenklorid og etter 1 time gjenvunnet. Kinematisk viskositet ved 60°C ble målt på originalt og gjenvunnet bindemiddel.

Forsøksbetingelsene var følgende:

Inndampning: 90°C, 150 omdr./min. (til dråpehastigheten på kjøleren blir lav).

Destillasjon: 100/120/140°C, 90 mmHg, 100 omdr./min, 10 min.

Resultatene er vist i tabell IX.

Tabell IX. Gjenvinning av MB 6000.

	Originalt materiale	Etter destillasjon ved		
		100°C	120°C	140°C
Kinem. visk., mm ² /s	6900	7260	7756	8216
Endring, %	0	10,4	12,4	19,1

Viskositetsøkningen var betydelig og kommer trolig av at flyktig komponenter fjernes. Dette betyr nødvendigvis ikke at metoden er uegnet. En venter at en god del av de flyktige komponentene damper av under produksjon og utlegging av varmblandet myk asfalt. I tillegg finnes myk bitumen på markedet med mindre flyktig mykningsmiddel enn det som ble testet.

I det videre arbeid ble 120°C valgt som destillasjonstemperatur fordi løsemidlet lettere drives ut når viskositeten er lav, og fordi flyktige forbindelser sannsynligvis allerede er dampet av på aktuelle masseprøver. Dette ble undersøkt ved å foreta en T.F.O.T. (5 timer ved 120°C) på en MB 6000. Residiet ble løst i metylenklorid og deretter gjenvunnet. I tillegg ble prøve av MB 500 og MB 8000 løst i metylenklorid for så å bli gjenvunnet. Resultatene er vist i tabell X.

Tabell X. Gjenvinning av myk bitumen.

Prøve	Kinem. visk. (60°C) mm^2/s		Endring %
	Orig. materiale	Gjenv. materiale	
MB 500	604	602	- 0,3
MB 8000	7504	7875	+ 4,9
MB 6000 e/T.F.O.T	13890	14290	+ 2,9

Oppherdinga til MB 500 og MB 8000 var betydelig mindre enn for MB 6000. Dette skyldes innhold av mindre flyktig mykner. T.F.O.T-residiet av MB 6000 herdner også lite opp. Metoden ser dermed ut til å være egnet for gjenvinning av myk bitumen fra varmblandet myk asfalt.

For kaldblandet (f.eks. emulsjonsgrus) bør metodebetingelsene tilpasses bedre - spesielt for nyprodusert masse.

Effekten av lagring i metylenklorid ble også undersøkt. Resultatene er gitt i tabell XI.

Tabell XI. Effekten av lagring i metylenklorid.

Lagringstid	MB 6000			
	0	30 min	1 døgn	3 døgn
Kinem. visk. (60°C), mm^2/s	6900	7756	8313	9337
Endring i %	0	12,4	20,5	35,3

Det fremgår at lagring i metylenklorid fører til en relativt stor viskositetsøkning. Ekstraksjon og gjenvinning bør derfor utføres samme arbeidsdag.

Effekt av prøvemengde ble også undersøkt. Resultatene er vist i tabell XII.

Tabell XII. Gjenvinning av forskjellige mengde MB 6000.

Prøvemengde MB 6000	Kinematisk viskositet 60 ⁰ C mm ² /s	Endring i %
50 g	7770	12,6
75 g	7756	12,4
100 g	7661	11,0

Resultatene viser at prøvemengden (50 - 100 g) har liten betydning for resultatet.

Gjenvinning av myk bitumen (MB500 - MB 12000) ved 120⁰C vil gi forholdsvis riktige resultater under forutsetning av at massen er produsert halvvarmt/varmt.

7. GJENVINNING AV VEGOLJE

En metode for gjenvinning av vegolje og bitumenløsning er allerede beskrevet i intern rapport nr. 630 fra Veglaboratoriet. Den "nye" metoden er også blitt tilpasset for gjenvinning av vegolje. Betingelsene ble utprøvd med en VO300. Ca. 50 g prøve ble løst i 250 ml metylenklorid og deretter gjenvunnet. Resultatene er oppført i tabell XIII.

Tabell XIII. Gjenvinning av vegolje (VO300)

	Kinem. vjisk. 60 ⁰ C mm ² /s	Avvik i %
Originalt materiale	210	0
Destillasjon ved:		
80 ⁰ C, 20 mmHg, 15 min *	235	11,9
100 ⁰ C, 90 mmHg, 10 min	218	3,8
160 ⁰ C, 360 mmHg, 10 min	234	11,4

* gammel metode.

En kommer nærmest original viskositet med følgende betingelser:

Inndampning: 90⁰C, 150 omdr./min.

Destillasjon: 100⁰C, 90 mm Hg, 100 omdr./min., 10 min ± 10 sek.

Disse betingelsene burde gi forholdsvis riktige verdier ved gjenvinning av vegolje fra oljegrus.

B. SLUTTKOMMENTARER

En ønsker selvfølgelig en gjenvinningsmetode der en ikke trenger å vite på forhånd hvor hardt bindemidlet er. I dette arbeidet er det forutatt at man på forhånd vet om bitumen eller myk bitumen skal gjenvinnes. Hvis bindemidlet inneholder flyktige komponenter, vil en oppdage oljedråper på kjøleren - destillasjonsbetingelsene må da modifiseres. Hvis en har mistanke om at ikke all metylenklorid drives ut (svært harde bitumen), kan f.eks. destillasjonstemperatur eller varighet økes. Eventuelt kan kloridinnholdet bestemmes i gjenvunnet bitumen.

Selv om gjenvinningen gir tilbake bitumen med "riktig" egenskaper, kan det være avvik fra egenskapene i asfaltdekket. Ekstraksjons- og gjenvinningsprosessen fører til at bindingsforhold som fører til strukturell (reversibel) oppherdning av bitumenet brytes ned. Gjenvunnet bitumen blir dermed mykere enn det som er i vegdekket.

Det kan være forskjeller mellom ulike apparatoppstillinger, og en bør derfor alltid foreta "kontroll"-gjenvinning med kjente bitumenprøver og eventuelt optimalisere betingelsene.

Litteratur:

- 1) Laboratorie-undersøkelser. Håndbok 014 Statens Vegvesen 2 utg. 1983
- 2) Intern rapport nr. 630: "Herdeforløp av vegolje. Asfaltløsning i belegninger." Veglaboratoriet 1975.