



Statens vegvesen

NAMet-seminar Oslo, 22.01.2020

Måling av mykningspunkt i glycerol

Torbjørn Jørgensen

Statens vegvesen, Drift og Vedlikehold



Tema

- Introduksjon om prøvingsmetoden
- Forberedelser i CEN til revisjon av NS-EN 1427 i 2021
- Erfaringer fra NAMets ringanalyse 2017
- Undersøkelser på SVVs Sentrallaboratorium i Trondheim



Hva står i NS-EN 1427?

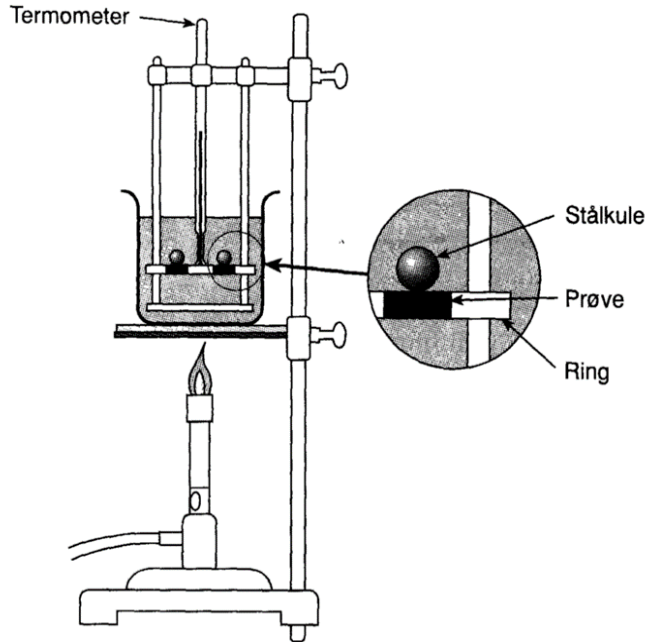
- Glycerol, with a density $(1\,250 \pm 10)$ kg/m³ at 20 °C, with a 99 % mass fraction purity
- Balls, stainless steel, two, $(9,50 \pm 0,05)$ mm in diameter, each having a mass of $(3,50 \pm 0,05)$ g
- Semi-automatic or automatic equipment:
The results obtained shall be the same as with the manual method and shall be within the precision of the manual method. In case of doubt, the referee method shall be the manual one with the apparatus as shown in Figure 5.
- Softening points above 80 °C and up to 150 °C: use glycerol and a temperature measuring device as described readable to 0,5 °C. The initial bath temperature shall be (30 ± 1) °C.



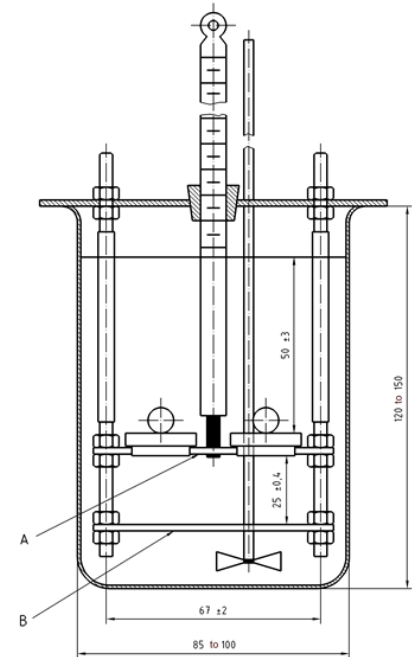
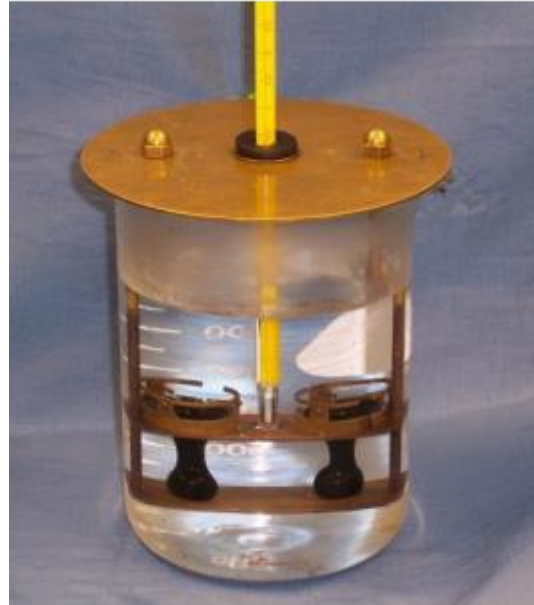
Problemer i NS-EN 1427?

- When glycerol is used as bath liquid the temperature range from 30 °C to 60 °C is intended for settling the heating rate of 5 °C/min and the temperature **should** have reached $(60 \pm 1) \text{ °C}$ **after 6 minutes**.
 - Check the correct temperature range . . . after 60 °C, when using glycerol.
 - . . . , when 60 °C is reached (glycerol), the temperature rise shall be between 4,4 °C and 5,6 °C in every individual minute measured. **If not stop the test.**
 - from when 60 °C is reached, the overall temperature rise at the end of the test shall be within $\pm 1 \text{ °C of the number of minutes (in decimals) } \times 5 \text{ °C}$.
 - **Reject any test in which the rate of temperature rise does not fall within these limits**
 - Repeterbarhet og reproduserbarhet i glycerol **baseres på oksidert bitumen (ikke PMB!)**
- “After 6 minutes” – et veiledende krav som ingen klarer med glycerol
- Toleransekrav på $\pm 0,6 \text{ °C}$ - få apparater klarer det. Risikerer å forkaste målingen, mange er borderline til gradientkravene.

Manuelt MP-apparat



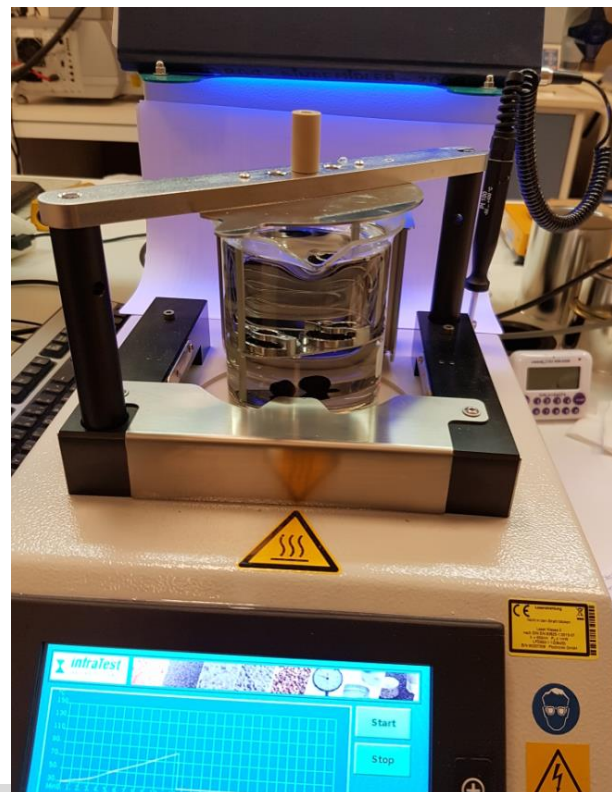
ASTM D36



NS-EN 1427 referanse



Moderne, automatisk mykningspunktsapparat

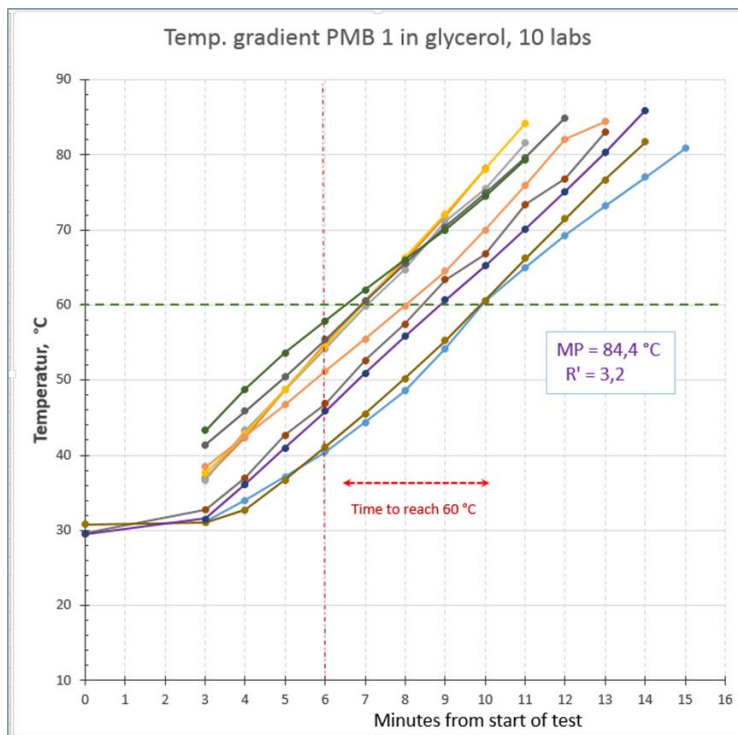




Forberedelser til revisjon av NS-EN 1427 i 2020

- CEN TC336 arbeidsgruppe utreder/forbereder oppdatering av metoden (Systematic Review in 2020)
 - Bedre beskrivelse av temperatur-gradient
 - Oppdatere presisjonstabellen for PMB – nye verdier for r og R ?
 - Beskrive digitalt referansetermometer (kvikksølvtermometer ikke tillatt)
 - Alternativ til glycerol? Lavviskøs silikonolje? Glycerol tilsatt vann?
 - Starttemperatur 40 °C?
 - Tykkere/lengre magnet?
 - Utforming av ringholdere mv.

Erfaringer fra NAMets ringanalyse 2017



- 4 av 14 lab tilfredsstilte temperaturgradienten
- Tid fra 30 til 60 °C: 6,5 til 10 min.
- Bedre reproduserbarhet for PMB 1 ($R' = 3,2$ °C) enn angitt i standarden ($R = 5,5$ °C)
- Reproduserbarhet for PMB 2 i vann ($R = 3,8$ °C)

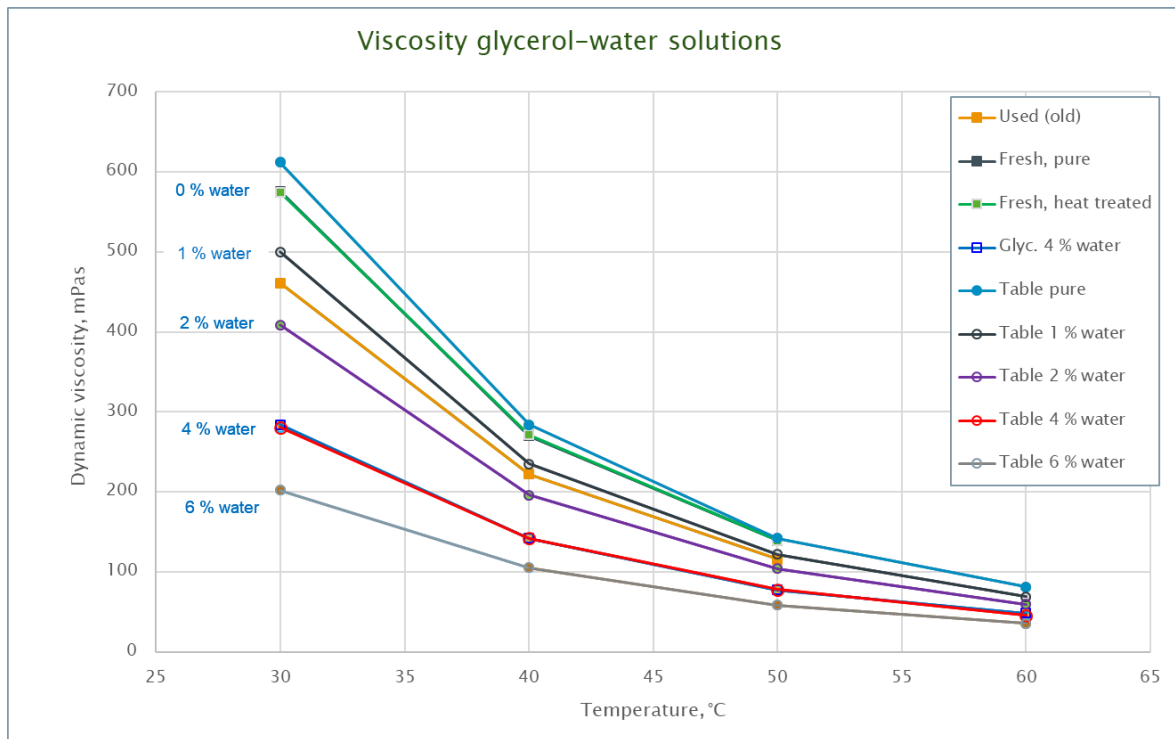


Undersøkelser på SVVs Sentrallaboratorium i Trondheim

- Viskositetskurver på glycerol og glycerol–vann blanding
- MP–målinger på samme PMB ved ulike betingelser (MP 84,0°C)
- Målinger på to automatiske MP–apparater
- IR–kamera for se mulige gradienter/lagdeling i glyserolen



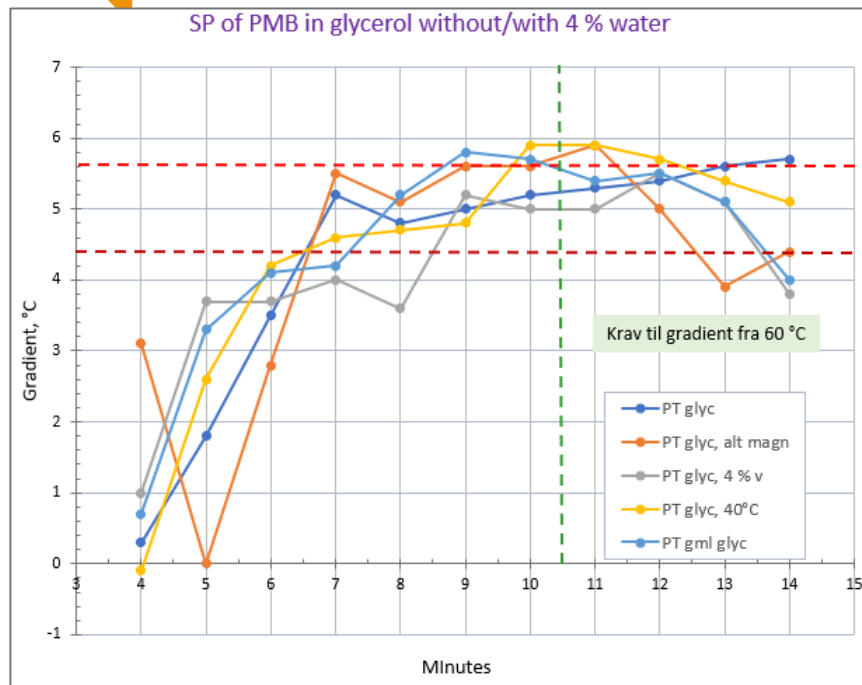
Viskositetskurver – 4 % vann halverer viskositeten



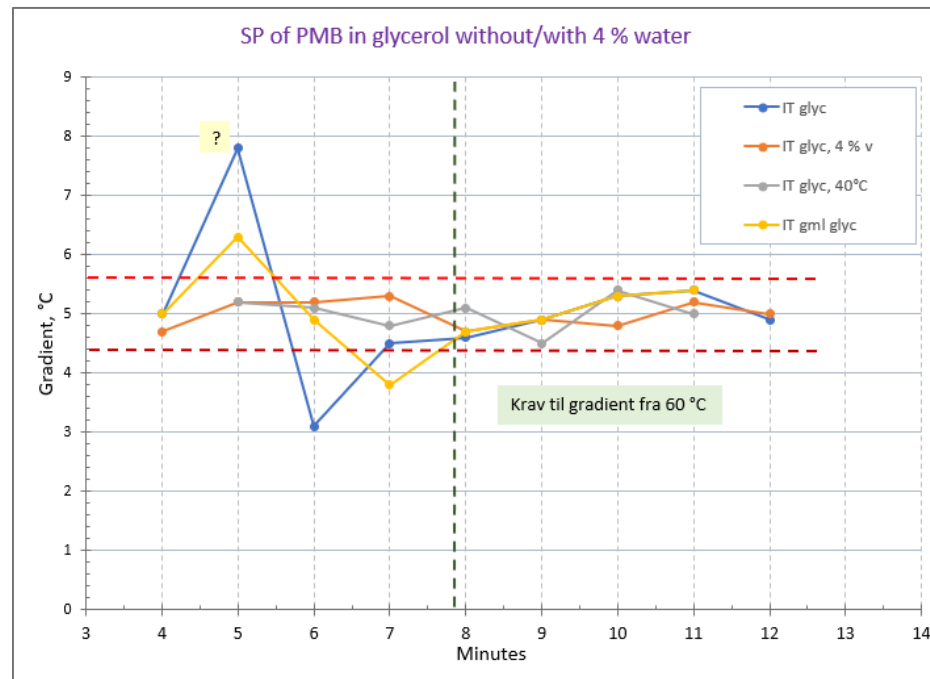


MP-målinger på samme PMB

Middel MP: 83,6 °C (MP glyc: 84,0)



Middel MP: 82,8 °C (MP glyc: 83,0)





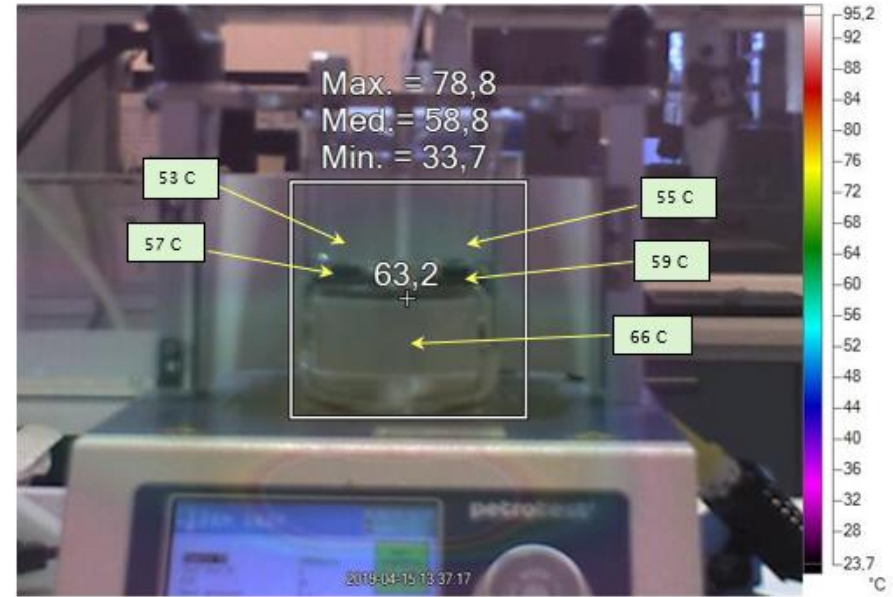
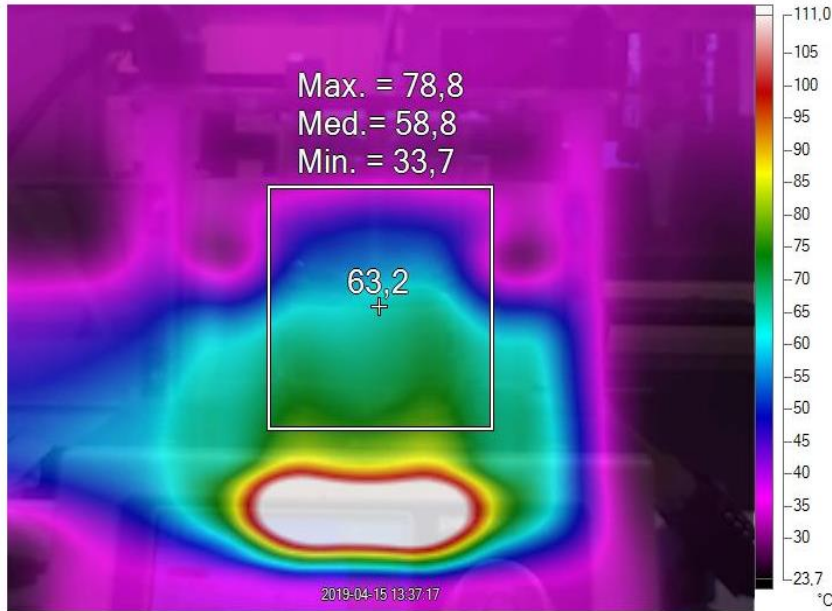
Statens vegvesen

Fluke IR-kamera, overflatetemperatur.

- Kan vise ujevn temperaturfordeling
- Avviker noe fra temperaturføleren i apparatet
- Tar synlig bilde og IR-bilde samtidig
- Var ikke kalibrert i denne studien



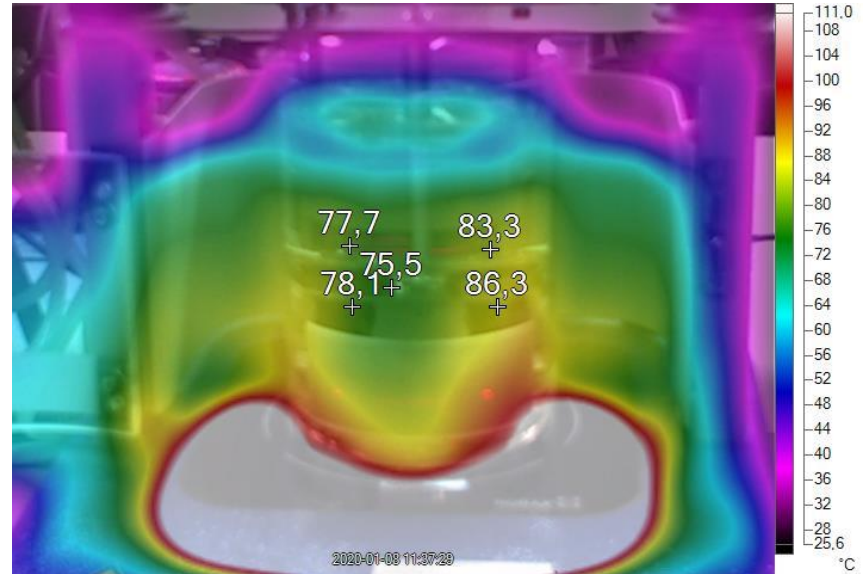
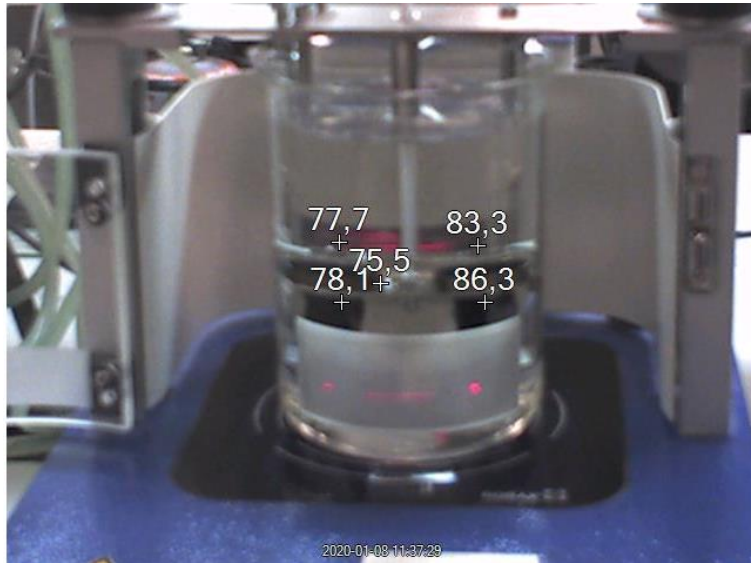
IR-bilde @60 °C. Gradient over/under ringholder



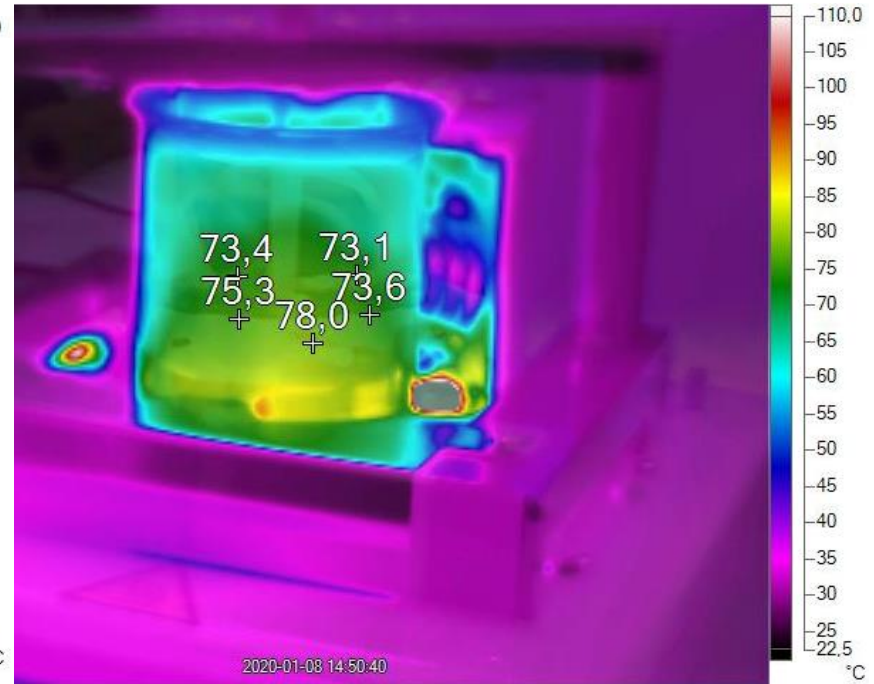
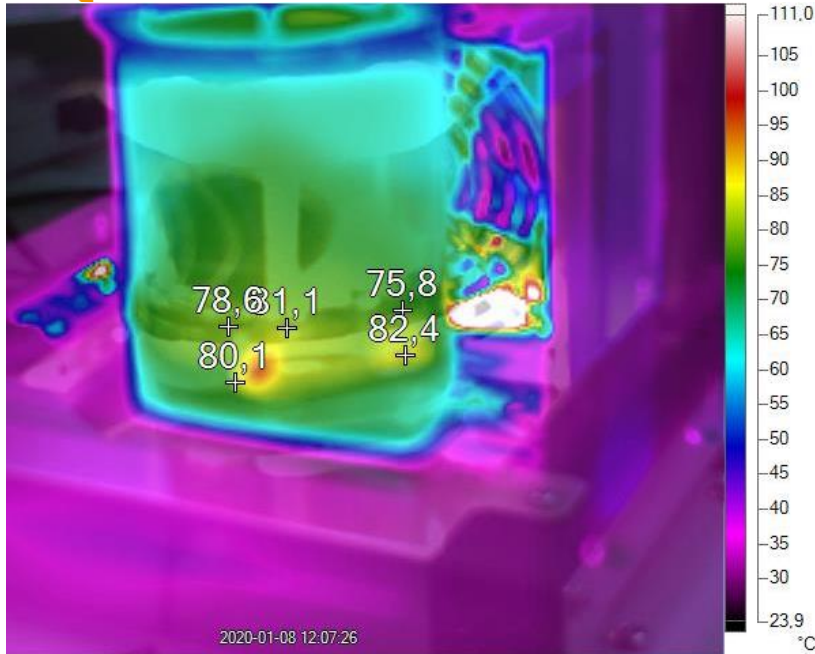
Heating time: 11 min, visible



IR-bilde @80 °C. Gradient over/under ringholder



IR-bilde @80 °C. Omrøring av ulike temp-skikt i glycerol



Takk for meg!



Statens vegvesen

