

Bitumenextraktion aus Asphalt mit dem nachwachsenden Rohstoff Octansäure- methylester (Kokosester)

**Berichte der
Bundesanstalt für Straßenwesen**

Straßenbau Heft S 111

bast

Bitumenextraktion aus Asphalt mit dem nachwachsenden Rohstoff Octansäure- methylester (Kokosester)

von

Alexander Alisov
Michael P. Wistuba

Technische Universität Braunschweig
Institut für Straßenwesen (ISBS)

**Berichte der
Bundesanstalt für Straßenwesen**

Straßenbau Heft S 111

bast

Die Bundesanstalt für Straßenwesen veröffentlicht ihre Arbeits- und Forschungsergebnisse in der Schriftenreihe **Berichte der Bundesanstalt für Straßenwesen**. Die Reihe besteht aus folgenden Unterreihen:

A - Allgemeines
B - Brücken- und Ingenieurbau
F - Fahrzeugtechnik
M - Mensch und Sicherheit
S - Straßenbau
V - Verkehrstechnik

Es wird darauf hingewiesen, dass die unter dem Namen der Verfasser veröffentlichten Berichte nicht in jedem Fall die Ansicht des Herausgebers wiedergeben.

Nachdruck und photomechanische Wiedergabe, auch auszugsweise, nur mit Genehmigung der Bundesanstalt für Straßenwesen, Stabsstelle Presse und Öffentlichkeitsarbeit.

Die Hefte der Schriftenreihe **Berichte der Bundesanstalt für Straßenwesen** können direkt bei der Carl Schünemann Verlag GmbH, Zweite Schlachtpforte 7, D-28195 Bremen, Telefon: (04 21) 3 69 03 - 53, bezogen werden.

Über die Forschungsergebnisse und ihre Veröffentlichungen wird in der Regel in Kurzform im Informationsdienst **Forschung kompakt** berichtet. Dieser Dienst wird kostenlos angeboten; Interessenten wenden sich bitte an die Bundesanstalt für Straßenwesen, Stabsstelle Presse und Öffentlichkeitsarbeit.

Ab dem Jahrgang 2003 stehen die **Berichte der Bundesanstalt für Straßenwesen (BASt)** zum Teil als kostenfreier Download im elektronischen BASt-Archiv ELBA zur Verfügung.
<http://bast.opus.hbz-nrw.de>

Impressum

Bericht zum Forschungsprojekt FE-Nr. 07.0272/2013/ARB:
Bitumenextraktion aus Asphalt mit dem nachwachsenden Rohstoff Kokosester

Fachbetreuung
Franz Bommert

Herausgeber
Bundesanstalt für Straßenwesen
Brüderstraße 53, D-51427 Bergisch Gladbach
Telefon: (0 22 04) 43 - 0

Redaktion
Stabsstelle Presse und Öffentlichkeitsarbeit

Druck und Verlag
Fachverlag NW in der
Carl Schünemann Verlag GmbH
Zweite Schlachtpforte 7, D-28195 Bremen
Telefon: (04 21) 3 69 03 - 53
Telefax: (04 21) 3 69 03 - 48
www.schuenemann-verlag.de

ISSN 0943-9323
ISBN 978-3-95606-332-9

Bergisch Gladbach, Januar 2018

Kurzfassung – Abstract

Bitumenextraktion aus Asphalt mit dem nachwachsenden Rohstoff Octansäuremethylester (Kokosester)

In diesem Forschungsprojekt wird die Frage geklärt, ob Octansäuremethylester (OME) ein geeignetes Substitut für Trichlorethylen als Standardlösemittel für die Bindemittelextraktion aus Asphaltmischgut darstellen kann. Es werden die technischen Voraussetzungen für den Einsatz, die Auswirkungen auf die Ergebnisse von Laborprüfungen und eventuelle labortechnische Folgen analysiert. Die Möglichkeit der Substitution wird für verschiedene Asphaltarten und Bitumen überprüft.

OME ist ein weitestgehend ungefährlicher bitumen-lösender Pflanzenölester mit einem Siedepunkt von ca. 193 °C und einem charakteristischen Geruch nach Kokos. Ab einer Temperatur von ca. 245 °C sind die Lösemitteldämpfe bei Sauerstoffkontakt spontan entflammbar, weshalb die Heißextraktion aus Arbeitsschutzgründen mit diesem Lösemittel nicht durchgeführt werden sollte. Die Extraktion in einer geschlossenen Anlage bei abgesenktem Druck und moderateren Temperaturen kann sicher erfolgen.

In den Ergebnissen der Mischgutanalyse zeigen sich unter Anwendung von OME im Vergleich zu Ergebnissen unter Anwendung von Tri als Lösemittel keine signifikanten Unterschiede. Sowohl der bestimmte Bindemittelgehalt als auch der bestimmte Fülleranteil sind unter Anwendung der beiden Lösemittel weitestgehend als gleich zu bewerten.

In dem an die Extraktion anschließenden Prozess der Bindemittelrückgewinnung wird das Lösemittel im Rotationsverdampfer von der Bitumenphase getrennt. Dieser Vorgang der Destillation wurde für üblicherweise im Asphaltlabor vorhandene Rotationsverdampfer weitestgehend optimiert. Es war jedoch nicht möglich, das gesamte Lösemittel von der Bitumenphase zu trennen, weshalb Lösemittelreste im Bitumen verblieben. Diese führen zu Veränderungen der physikalischen Eigenschaften der rückgewonnenen Bindemittel. Mehrheitlich zeigt sich das mit OME zurückgewonnene Bindemittel in allen angesprochenen Temperaturbereichen weicher als nach Rückgewinnung mit Tri. Die Ergebnisse der Vergleichsuntersuchungen deuten an, dass die Menge der im Bitumen verbleibenden

Lösemittelreste vom verwendeten Destillationsgerät abhängt und dadurch die Vergleichbarkeit von Ergebnissen aus Bitumenprüfungen an mit OME zurückgewonnenen Bindemitteln gering ist.

Bitumen extraction of asphalt with the renewable resource methyl octanoate (coconut ester)

In this research project, the question is clarified whether methyl octanoate (german: Octansäuremethylester – OME) can be a suitable substitute for trichloroethylene (Tri) as a standard solvent for binder extraction from bituminous mixtures. The technical requirements for the use, the impact on the results of laboratory tests and any laboratory consequences will be analyzed and the possibility of substitution will be examined for various types of asphalt and bitumen.

OME is a mostly harmless bitumen-dissolving ester made from organic oil having a boiling point of about 193 °C and a characteristic smell of coconut. Above a temperature of about 245 °C the solvent vapor is highly inflammable in contact with oxygen. That is the reason why the hot extraction with this solvent should not be performed for the operator's protection. The extraction can be carried out safely in a closed enclosure at reduced pressure and moderate temperatures.

The evaluation of bituminous mixtures shows no significant differences when comparing OME and Tri as a solvent. Both, the specific binder content and the specific filler content are mostly identical under application of the two solvents.

After the extraction the binder recovery process is performed where the solvent is separated from the bitumen phase in a rotary evaporator. This process of distillation has been optimized as much as possible for the common rotary evaporator that is available in the asphalt laboratory. However, it was not possible to separate the solvent entirely from the bitumen phase, which is why some solvent residues are remaining in the bitumen. These residues are leading to changes in the physical characteristics of the recovered binders. The majority of the testing results at the examined

temperature ranges show that the recovered binder with OME is softer than after recovery with Tri. The results of comparative tests indicate that the amount of residual solvent remaining in the bitumen depends on the distillation device used, eventuating in a small comparability of testing results on bitumen recovered with OME.

Summary

Bitumen extraction of asphalt with the renewable resource methyl octanoate (coconut ester)

1 Meaning and purpose of the research project

Trichloroethane (also called trichloroethylene or tri) is currently the standard solvent for binder extraction from bituminous mixtures. However, the use of trichloroethylene is subject to significant restrictions under the REACH-Regulation. For many years there is the obligation to substitute trichloroethylene. For this reason, asphalt laboratories are trying to manage the use of trichloroethylene and keeping trichloroethylene mostly in closed systems.

Now the prohibition on the use of trichloroethylene is imminent. Therefore an alternative way for binder extraction has to be found in order to determine the primary characteristics of asphalt like binder content, grain size distribution and the properties of the recovered bitumen. Otherwise there is no way to analyze the asphalt composition anymore.

An alternative and more sustainable path is the extraction with renewable materials. But for this approach the extraction process needs to be defined and optimized so that the composition and the properties of the recovered bitumen can be evaluated accurately.

A possible substitute for trichloroethylene is methyl octanoate (german: Oktansäuremethylester – OME; also called coconut ester because of the smell) which is made from renewable raw materials. The

aim of this research project is to evaluate the suitability of OME for binder extraction of asphalt mixtures. In this project the technical requirements for the use, the impact on the results of laboratory tests and any laboratory consequences are being analyzed. The suitability of OME as a solvent is examined for various asphalt types and different bitumen grades.

2 Investigation scheme

In this research project, the following aspects are processed and evaluated:

- determination of solvent properties and description of the handling of OME in the laboratory,
- optimization of the hot extraction process, of the automated extraction as well as binder recovery with OME as a solvent (distillation),
- test series with fresh binder and the binder after extraction with OME and trichloroethylene as a solvent,
- tests to examine the comparability of results.

The tests and analysis were performed on a total of 10 asphalt mixture types, with 3 types only used for process optimization. A test series was carried out on 7 asphalt mixture types for result validation. 3 asphalt mixture types were also used for comparative studies four other laboratories. All asphalt mixture types used are listed in Table 1. None of the asphalt mixture types included reclaimed asphalt granulate. The production of the asphalt mixing for the test series was carried out mostly on an industrial scale. One asphalt mixture type (variant 4) was specifically assembled in the laboratory.

Variant	Asphalt mixture	Bitumen	Field of application
1, 2, 3	AC 11 D S from asphalt mixing plant (existing inventory of the ISBS)	50/70	Process optimization for hot extraction and automated extraction with OME as a solvent
4	AC 11 D S assembled in laboratory	50/70	Test series
5	PA 8 from asphalt mixing plant	40/100-65 A	
6	SMA 11 S from asphalt mixing plant	25/55-55 A	
7	AC 32 T S from asphalt mixing plant	70/100	
8	AC 22 T S from asphalt mixing plant	50/70	Test series and comparative study
9	SMA 11 S from asphalt mixing plant	25/55-55 A	
10	MA 11 S from asphalt mixing plant	20/30 NV	

Tab. 1: Asphalt types used for extraction

	Investigation method	Parameter		
Asphalt mixture composition after binder extraction and distillation	Sieve analysis	Grading	KGV	M.-%
		Gradation curve	k. A.	k. A.
	Binder content	Difference method	B _{SD}	M.-%
		Recovery method	B _{SR}	M.-%
Physical binder properties	Softening point ring and ball	Softening point	EP RuK	°C
	Needle penetration	Penetration	Pen	mm/10
		Maximum force	F _{max}	N
	Ductility	Ductility	k. A.	mm
		Deformation work ^t	W _{gesamt}	J/cm ²
			W _{0-0,2m}	J/cm ²
			W _{0,2-0,4m}	J/cm ²
	DSR-analysis	Complex shear modulus	G*	Pa
		Phase angle	δ	°
	BBR-analysis	Creep compliance	S	MPa
		m-value	m	-
	MSCR-test*	Percental recovery	R ₁₀₀	%
			R ₁₆₀₀	%
			R ₃₂₀₀	%
		Remaining creep strain	J _{nr 100}	kPa ⁻¹
J _{nr 1600}			kPa ⁻¹	
J _{nr 3200}	kPa ⁻¹			
Elastic recovery*		EL	%	

* only on polymer-modified bitumen

Tab. 2: Overview of the established parameters of asphalt mixtures and binders

For the asphalt mixture variants 4 to 10 the original (fresh) binder was sampled (sampling at delivery) to estimate the change in binder properties during asphalt mixture production and binder extraction. Tests to analyze the asphalt mixture and the binder were carried out according to Table 2.

3 Investigation results

3.1 Solvent properties

OME is neither classified as harmful, nor as toxic or very toxic according to hazardous substances regulations. Investigations by GCMS analysis show that other chemically similar compounds are present in OME in very small quantities, but due to the very low concentration they cannot be assumed to be hazardous. From the perspective of health and safety at work there is no evidence, that the use of OME as a solvent for the automated extraction of bitumen from asphalt mixture is questionable or inappropriate.

OME is irritating to skin, eyes and the digestive tract and has an intense smell which is already noticeable in trace amounts and often perceived as annoying. When solvent vapors settles down in the hair, the clothes or on surfaces, it quickly occupies the entire laboratory with the smell of the solvent. It takes a very long time to vanish the smell due to the high boiling point of OME (approximately 193 °C). Subjectively, a prolonged contact with solvent vapors can lead to psychosomatic impairments (e.g. headache, nausea, dry cough or dizziness), even though there is no toxic cause. Cleaning surfaces with other organic solvents as well as the frequent cleaning or changing the protective clothing can partly delay the spread of the smell.

The strongest contact with solvent vapors occurs during the removal of the evaporation flask of the extraction device and from the rotary evaporator and during the opening of the wash chamber and centrifuge. For these process steps it is recommended to wear a respirator.

Above a temperature of about 245 °C the solvent vapor is highly inflammable in contact with oxygen

which results in an increased danger of explosion. Especially in the hot extraction with OME there is a high risk due to the required solvent temperature of approximately 400 °C to start the evaporation-condensation, despite insulation of the outer wall. The use of OME as a solvent for hot extraction can therefore not be carried out for reasons of work safety.

Tri has compared with OME a 4 times higher dissolving power at room temperature. However, by adjusting the test parameters, OME can also be a good bitumen solvent, because dissolution processes are temperature- and pressure-dependent. Nevertheless, the extraction process of bitumen from asphalt with OME as a solvent takes much longer than using Tri as a solvent.

During the automated extraction, the used solvent is recovered continuously. From the necessary amount of solvent for the extraction (about 3 liters) there will be about 200 ml transferred in the evaporation flask together with the bitumen after completion of the extraction. Subsequently, the two phases are separated in the rotary evaporator. After using the solvent 10 times for the extraction and the subsequent recovery of the solvent, no changes in the solvent properties were detected by GCMS analysis.

3.2 Technical conditions

To use OME as a solvent for the binder recovery from bituminous mixtures in a conventional asphalt laboratory, there are several technical adjustments necessary.

The solvent OME has a very high boiling point, which must be exceeded significantly for the continuous solvent recovery at atmospheric pressure. These high temperatures would on the one hand lead to a high explosion risk and on the other hand change the binder properties greatly. When using decreased pressure, the process of solvent recovery can take place at significantly more moderate temperatures and the binder is preserved. The automatic extraction of bitumen from asphalt mixtures with OME as a solvent should therefore be performed in a closed enclosure significantly below atmospheric pressure. However, most of the existing extraction machines do not meet these requirements, since they are built technically simpler.

Where the exhaust air is fed directly into a laboratory fume hood, there are very low OME emissions due to the high requirements on the tightness of the extraction machine. An even better protection against solvent vapors is an enclosure of the extraction system with additional air suction. However, this is not considered to be absolutely necessary.

The extraction system used in this research project is still in the development phase and still has some tightness weaknesses. The seals of the extraction system are partially not resistant to OME and leading to leaks after a short operating period. For using OME as a solvent in the binder extraction, such an extraction machine has to be purchased. The applicability of the hot extraction with OME as solvent is infeasible due to workers protection.

The recovery of the binder by separating the solvent residues from the binder-solvent-mixture by extraction is basically possible with conventional rotary evaporators, but not completely feasible with the methods used in this research project. Not distillable residues of the OME solvent remain in the bitumen sample. It is assumed that the type of device used for distillation has a strong influence on the remaining amount of solvent in the bitumen. Existing distillation units in the laboratory can be used for OME recovery as long as the included seals do not come directly into contact with the solvent and a pressure of 5 ± 1 mbar can be kept constant.

3.3 Influence of OME on results of mixture analysis

The range of individual values for all results of the mixture analysis (separated according to extraction with Tri and OME) is less than the critical range. Consequently, the arithmetic mean of the five individual values describes a precise value as a result. The differences of the results of the two measurement series (mean value Tri – mean value OME) are presented in the following figures. The reference value (zero value) represents the result which was determined using Tri as solvent. In addition, the precision of the underlying method is presented in Table 3. Where the differences in the measurements of both methods are less than the precision of the method, a variation in the result cannot be clearly attributed to the OME solvent. Since the methods and the equipment used here

Parameter	Type of precision	Standard deviation (percentage by mass)	Precision (percentage by mass)
Filler content < 0,063	Repeatability	$\sigma_r = 0,22$	$r = 0,6$
	Reproducibility	$\sigma_R = 0,52$	$R = 1,5$
Binder content group 1	Repeatability	$\sigma_r = 0,08$	$r = 0,22$
	Reproducibility	$\sigma_R = 0,14$	$R = 0,36$
Binder content group 2	Repeatability	$\sigma_r = 0,13$	$r = 0,39$
	Reproducibility	$\sigma_R = 0,24$	$R = 0,66$

Group 1: Asphalt surface base course, asphalt concrete for surface course, stone mastic asphalt, porous asphalt t
Group 2: Asphalt base course, asphalt binder, mastic asphalt

Tab. 3: Process precision for variables of mixture analysis according to FGSV (2013)

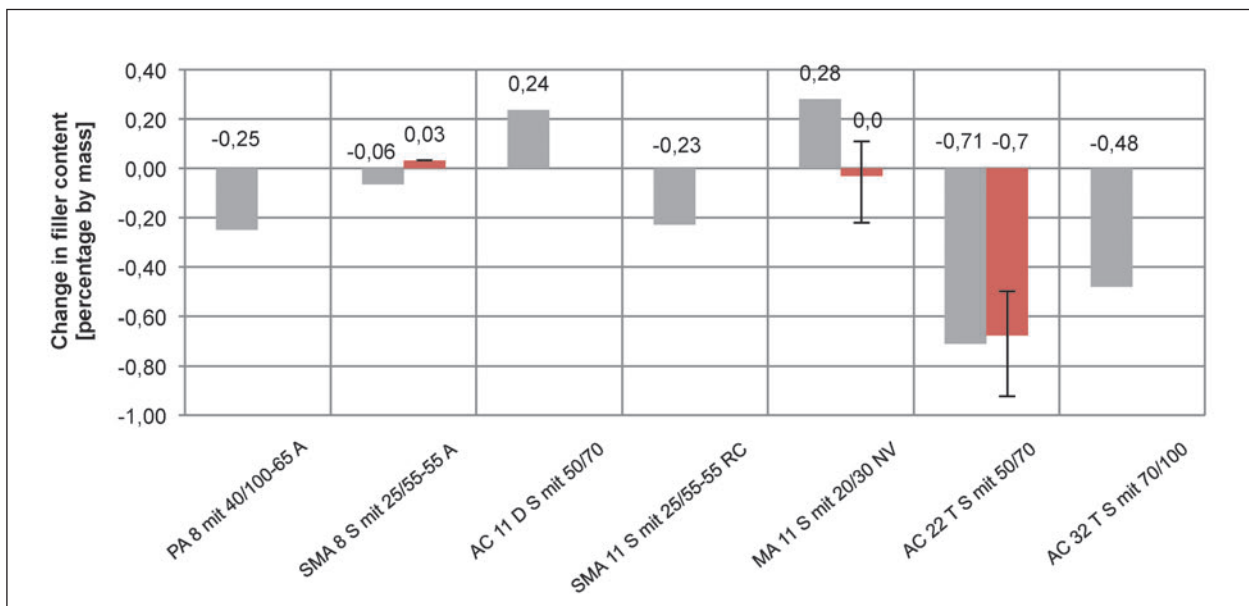


Fig. 1: Change in the results of the filler content as a result of extraction by OME instead of Tri (gray: ISBS, red: comparative tests with range of individual results)

are partially very different, the reproducibility is used to compare the methods with each other.

As a result of the comparative study, the average of the individual results will be compiled for each test laboratory. The existing results of the comparative tests are shown in red color with the associated range of the respective mean values. For the variant SMA 8 no range of the comparative tests is specified as only one result is available.

Mix-dependent differences can be detected in the results of the determined filler contents from +0.28 to -0.71 percentages by mass (Figure 1). In two of the asphalt mixtures (AC 11 DS with 50/70 and MA 11 S with 20/30 V) a filler content was determined, which is above the filler content when using Tri as a solvent. For the other five asphalt mixtures a smaller filler content was determined. The differences in the filler content are in 6 of the 7 asphalt mixtures greatly below the permissible

differences in the repeatability. The largest deviation with -0.71 percentage by mass is seen in the variant AC 22 T S, which is still significantly below the permissible range of reproducibility of 1.5 percentage of mass. The specific results for the filler content using OME as a solvent therefore correspond to the results of using Tri as a solvent.

The differences in the results of the soluble binder content after the recovery process are also mixture-dependent and usually within the limits of repeatability (Figure 2). Only the variant MA 11 S exceeds the reproducibility limit slightly, however, it is still within the limits of repeatability. The results of the comparative study also show that the mean value of the determined binder content for variant MA 11 S correspond to the reference binder content. The differences are partly positive and partly negative.

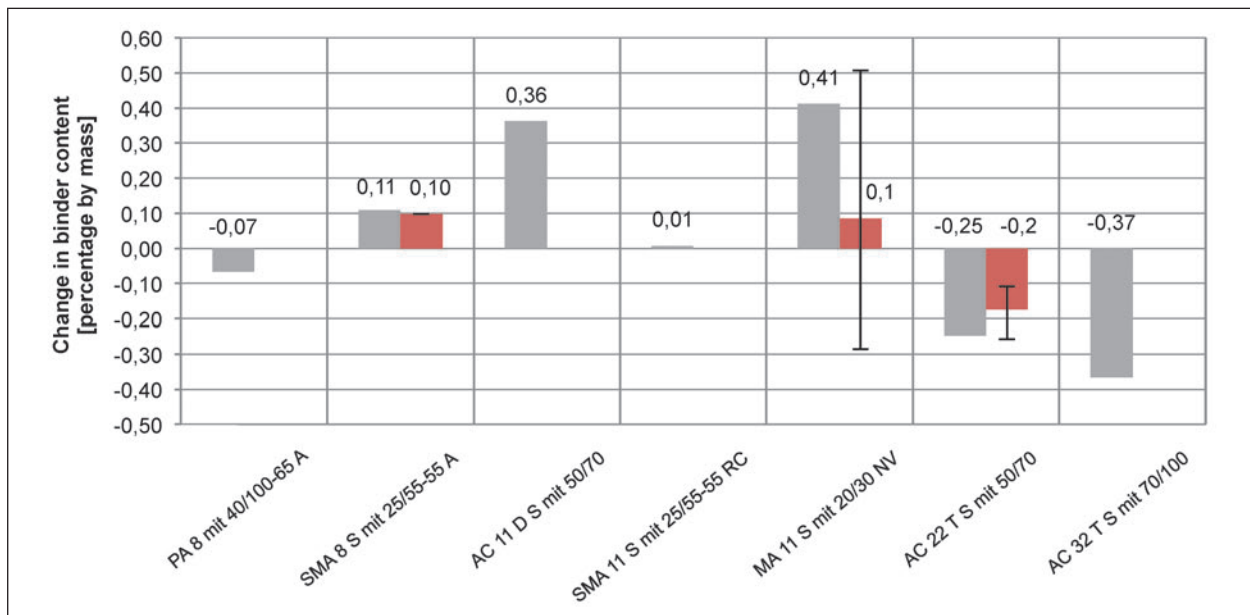


Fig. 2: Change in the results of the soluble binder content after the recovery process as a result of extraction by OME instead of Tri (gray: ISBS, red: comparative tests with range of individual results)

A separation of the asphalt components and determining the composition of the asphalt mixture with OME in the used extraction machine is possible with a similar accuracy as with the use of Tri as solvent. This requires a long-term reliable functioning of the extraction machine.

3.4 Influence of OME on properties of the recovered binder

With OME recovered bitumen has a characteristic smell similar to burnt cork. During reheating of subsamples this smell occurs so strong, that it can be directly connected to the recovery with OME.

In the following chapter the results of the conventional bitumen tests (softening point ring and ball and needle penetration), the results of rheological bitumen tests to address the low temperature performance by the BBR (flexural creep stiffness and m-value at -16 °C) and the results of rheological bitumen tests at the upper service temperature range by the DSR (complex shear modulus and phase angle at 60 °C) are presented. Apart from the results of the tests at the ISBS, the results of the comparative tests are presented as a mean value with the range of the individual values. The precision of the characteristic parameters of the bitumen tests are given in Table 4. As a result of the comparative study a result of a maximum of three individual results will be generated for each test laboratory.

The existing results of the comparative tests are shown in red color with their associated range of the respective mean values. For the variant SMA 8 no range of the comparative tests is specified as only one result is available.

For the unmodified and polymer-modified bitumen the softening point R&B is lower after recovery with OME as a solvent, for the viscosity-altered binder 20/30 V the softening point is higher (Figure 3). The only exception is the road pavement bitumen 70/100, extracted from the asphalt mixture AC 32 TS, which has no differences to the softening point R&B after extraction with Tri as a solvent. The largest differences are revealed in the road pavement bitumen 50/70, both by extraction from AC 11 DS as well as after extraction from AC 22 T S. For the variants with 50/70 the differences are outside the reproducibility specified for the process. All other binder variants have differences in the softening point R&B within the allowable precision under comparable conditions. Mainly, the softening point R&B after extraction with OME is lower than after extraction with Tri as solvent. Most of the times, the differences are within the limits of reproducibility, sometimes even within the repeatability. Remarkable is the large range of the results of the comparative tests.

After extraction of the binder with Tri as a solvent, the polymer-modified bitumen 40/100-65 A from PA 8 has the largest needle penetration depth (50.3 mm). Hence, all binders with a penetration

Parameter	Type of precision	Precision
Softening point R&B Unmodified bitumen, water	Repeatability Reproducibility	$r = 1,0 \text{ } ^\circ\text{C}$ $R = 2,0 \text{ } ^\circ\text{C}$
Softening point R&B Polymer-modified bitumen, water	Repeatability Reproducibility	$r = 1,5 \text{ } ^\circ\text{C}$ $R = 3,5 \text{ } ^\circ\text{C}$
Softening point R&B Glycerol	Repeatability Reproducibility	$r = 1,5 \text{ } ^\circ\text{C}$ $R = 5,5 \text{ } ^\circ\text{C}$
Pen < 50 mm/10	Repeatability Reproducibility	$r = 2 \text{ mm}/10$ $R = 3 \text{ mm}/10$
Pen $\geq 50 \text{ mm}/10$	Repeatability Reproducibility	$r = 4\%$ of the mean value $R = 6\%$ of the mean value
Complex shear modulus	Repeatability	$R < 10\%$ of the mean value*
Phase angle	Reproducibility	$R < 5\%$ of the mean value*
Flexural creep stiffness	Repeatability Reproducibility	$r = 9\%$ of the mean value $R = 27\%$ of the mean value
m-value	Repeatability Reproducibility	$r = 4\%$ of the mean value $R = 13\%$ of the mean value

* not exactly determined

Tab. 4: Process precision for the established parameters of the bitumen tests

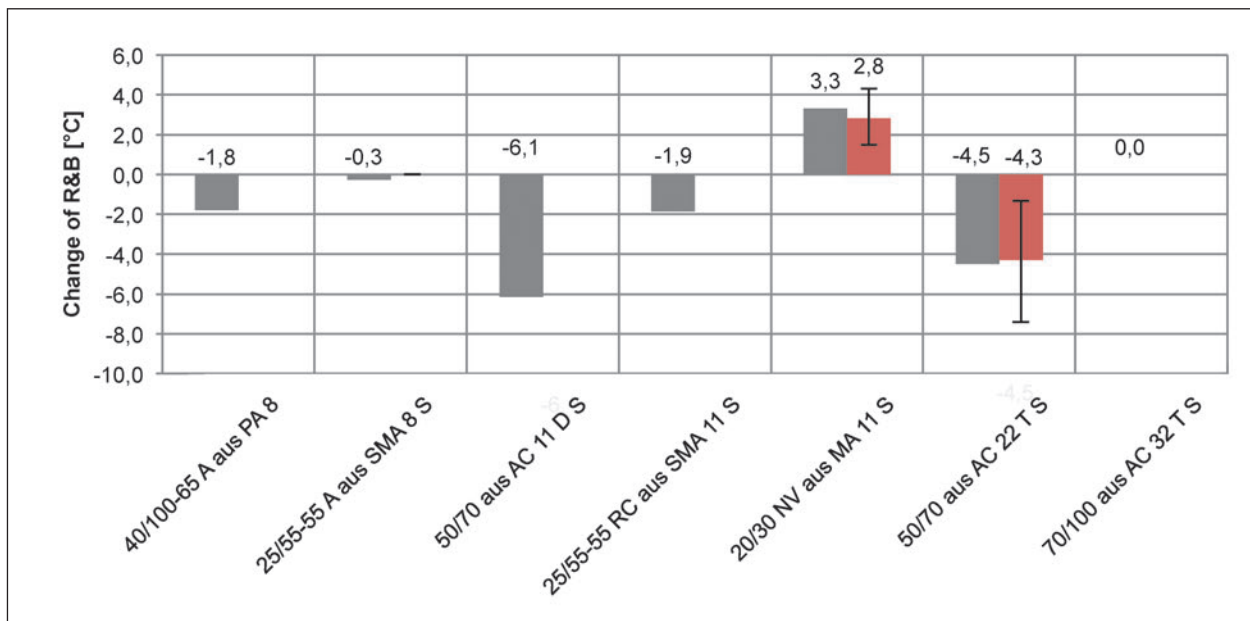


Fig. 3: Change in the results of the soluble binder content after the recovery process as a result of extraction by OME instead of Tri (gray: ISBS, red: comparative tests with range of individual results)

value < 50 mm have almost the same precision ($r = 2$, $R = 3$). For all binders extracted with OME the values of the needle penetration are larger (Figure 4) than by extraction with Tri. The recovered bitumen with OME is therefore softer than recovered with Tri. In three cases (25/55-55 RC from SMA 11 S, 20/30 V from MA 11 and S 70/100 from AC 32 T S) the resulting differences are within the limits for the reproducibility of the method. In the remaining four cases the limit of the method precision is sometimes

significantly exceeded. With a change of penetration depth of 17.7 mm/10, the road pavement bitumen 50/70 from AC 11 DS has the largest differences.

The precision of the determination of the complex shear modulus (G^*) is not determined yet. The DIN EN 14770 indicates approximate values $\leq 10\%$ for reproducibility. Within this precision are the results of the binder 25/55-55 A from SMA 8 S and 70/100 of AC 32 T S. The results of any other bitumen extracted with OME exceed this precision in some

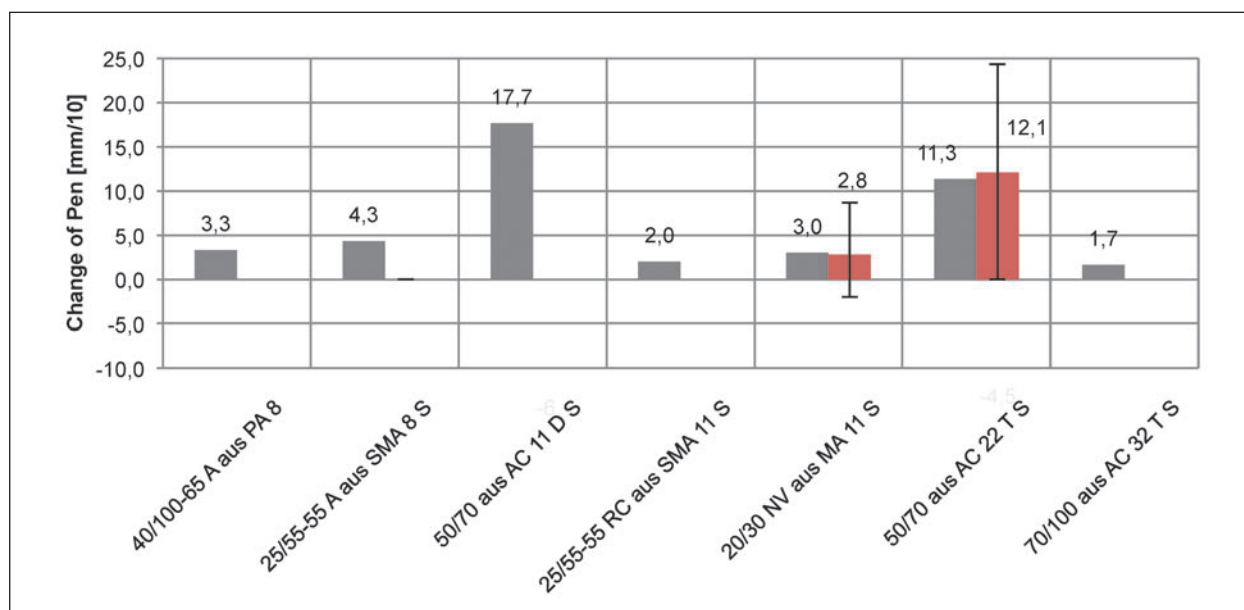


Fig. 4: Change in the results of the needle penetration (Pen) as a result of extraction by OME instead of Tri (gray: ISBS, red: comparative tests with range of individual results)

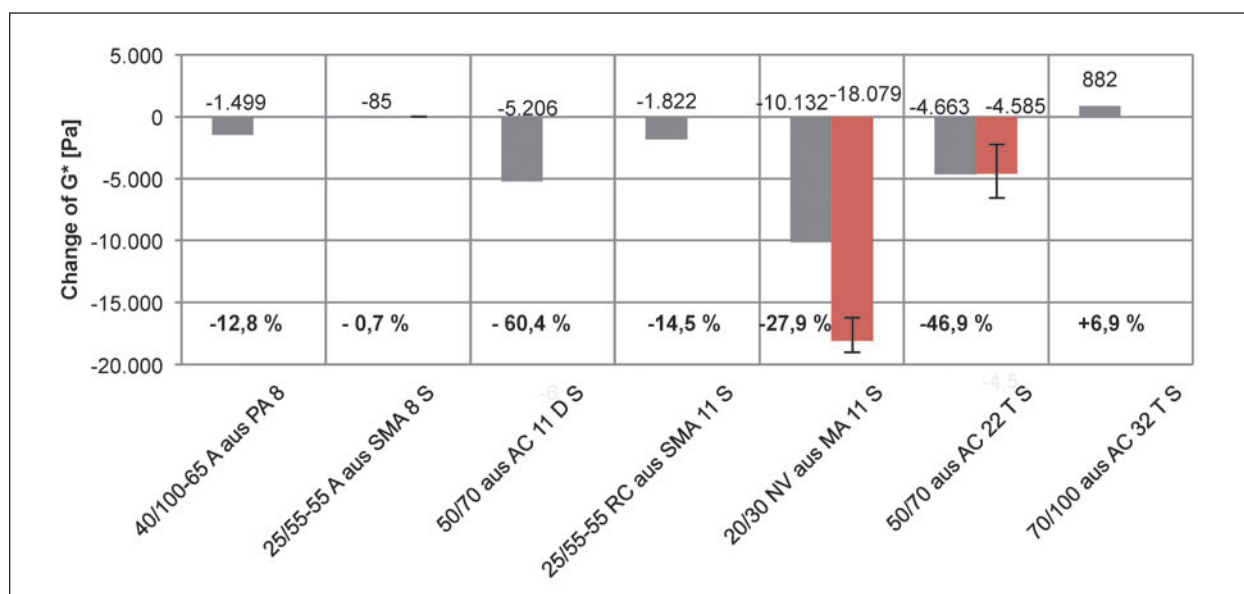


Fig. 5: Change in the results of the complex shear modulus (G^*) at 60°C and 1,59 Hz as a result of extraction by OME instead of Tri (gray: ISBS, red: comparative tests with range of individual results)

cases significantly. The differences are therefore not ascribed to the test procedure but to the extraction process (Figure 5).

The precision of the determination of the phase angle is not determined yet. The DIN EN 14770 indicates approximate values $\pm 5\%$ for reproducibility. The differences in the results of the phase angle after extraction with the two solvents is to a large extent below the reproducibility of the method (Figure 6). The limit is exceeded in only one variant (50/70 from AC 11 DS) by 1.8%. If the solvent OME

had a strong influence on the polymers of the polymer-modified bitumen, it should show significant differences in phase angle. This cannot be seen from the tests conducted in this series.

The results of the analysis with the BBR show consistently for all recovered binders with OME a decrease in the flexural creep stiffness (S) at -16 °C (Figure 7). The indicated precision under comparable conditions is with 27% very wide, but nevertheless exceeded by two binder types.

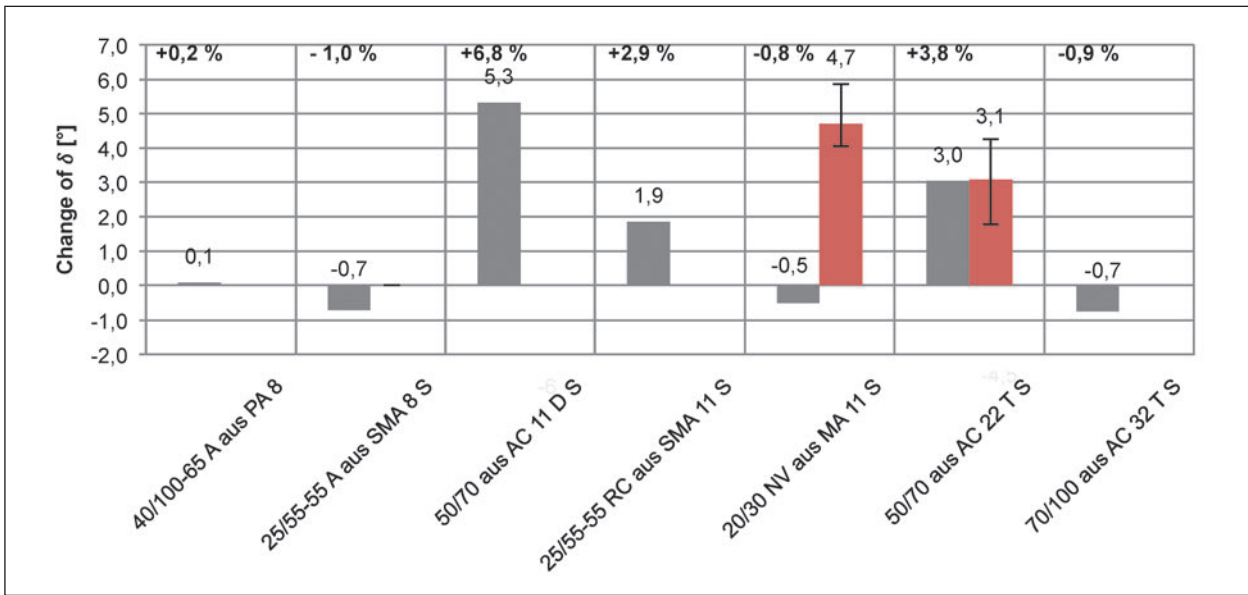


Fig. 6: Change in the results of the phase angle (δ) at 60 °C and 1,59 Hz as a result of extraction by OME instead of Tri (gray: ISBS, red: comparative tests with range of individual results)

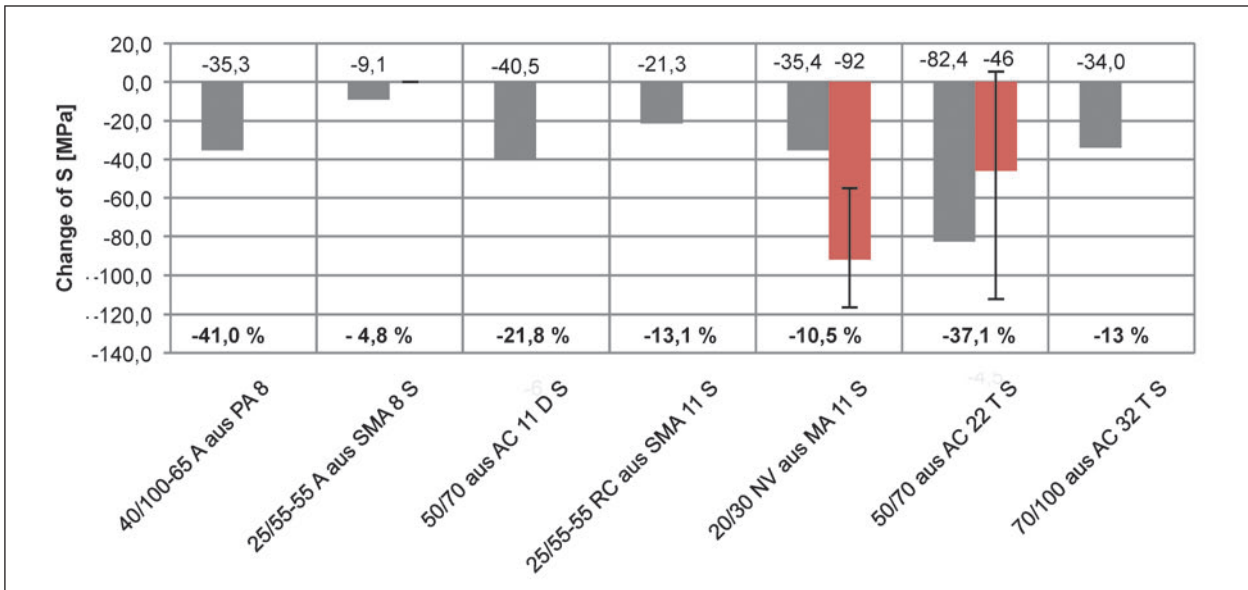


Fig. 7: Change in the results of the flexural creep stiffness (S) at -16 °C as a result of extraction by OME instead of Tri (gray: ISBS, red: comparative tests with range of individual results)

The m-value increases corresponding to the decreasing stiffness in most cases (Figure 8).

In summary it can be noted that the physical properties of the recovered bitumen with OME is sometimes identical with the properties of recovered bitumen with Tri and sometimes very different. In the range of high temperatures, the differences are less distinctive than in the low temperature range. The majority of the studies indicate that the recovered bitumen with OME is softer than the recovered bitumen with Tri. The softening point

R&B, the complex shear modulus at 60 °C and the flexural creep stiffness at -16 °C decrease while the needle penetration values and the m-value at -16 °C increase. A plausible explanation for this change in properties is the ascertained solvent residue in the recovered bitumen. Over the entire range of test temperatures the remaining solvent residues in the bitumen are present in liquid form and act as a lubricant in the bitumen structure. An increasing OME-content in the bitumen is expected to decrease the stiffness of the bitumen. The solvent residues in bitumen are believed to be depend

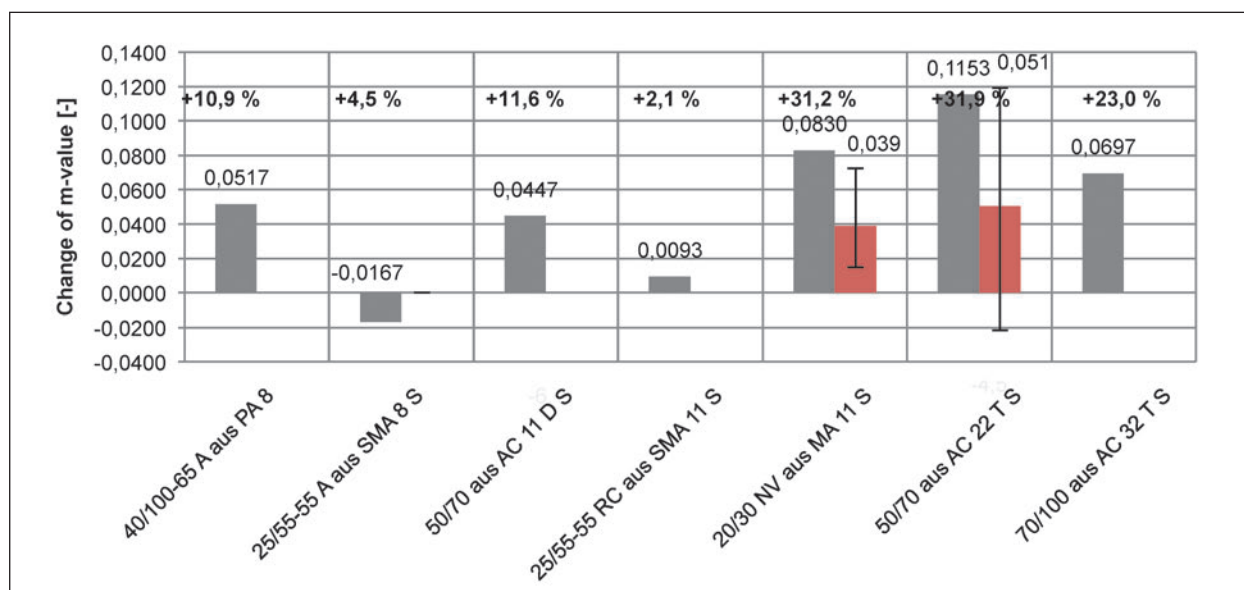


Fig. 8: Change in the results of the m-value at -16 °C as a result of extraction by OME instead of Tri (gray: ISBS, red: comparative tests with range of individual results)

especially on the used system for solvent recovery. In the comparative studies various models of rotary evaporators from various manufacturers were used. Some individual results of comparative tests differ only minimally from the results of the recovered binder with Tri. It is therefore presumed that the specifications made here for the process of distillation should be further clarified in order to ensure comparability of the properties of recovered binder with OME.

3.5 Economic consequences

The use of OME as a substitute for trichloroethylene for the extraction of bitumen from bituminous mixture requires a partial modification in the asphalt laboratory. Ex-traction systems which are working with Tri and which are not equipped with a vacuum technique must be replaced by a technically more complex and thus more expensive extraction machine. For a suitable extraction machine compared to a conventional extraction machine the laboratory should be calculate with additional costs of approximately 100%.

The extraction systems used in this research project are still in the development phase and are very maintenance-intensive. At irregular intervals (approximately 3 to 20) weeks the exchange of a variety of seals is necessary, as these are swelling up and losing tightness in contact with OME. For the operation of such an extraction machine the

laboratory should expect increasing operating costs and potential downtime.

Odor emissions of OME can be minimized if the extraction plant is housed in an enclosure. At least the solvent vapors discharged by the vacuum pump should be conducted in a fume hood.

The significantly lower bitumen-dissolving capacity and the high boiling point of OME compared to Tri demands more time for the extraction. With the optimized extraction parameters of this research project the extraction time is expected to be doubled. It is expected that the throughput of extractions with the use of OME as a solvent is significantly reduced with an unchanged number of extraction machines.

Many synthetic materials are not resistant to OME, what possibly requires the exchange of devices and tools. The solvent resistance to OME of various plastics is currently not systematically analyzed.

The price for OME is currently around 19.20 Euro/l and thereby well above that for Tri. However, the large scale production of OME can lower the production costs and lead to lower retail prices.

The studies carried out indicate that OME can often be reused after the recovery of the bitumen without a change in the chemical properties. The cycle of the solvent exchange in the extraction machine could be significantly extended and eventually lead to a significantly lower solvent demand compared to the use of Tri. This is also supported by the high

boiling point of the solvent, because no significant solvent losses occur during the extraction with OME.

About the prospective availability of the solvent OME and suitable extraction equipment can currently be made no firm statement. The Production in large quantities and volumes has not taken place yet.

Summary

The obligatory substitution and the forthcoming ban on the use of trichloroethylene (Tri) for the extraction of bitumen from asphalt mixture requires the search for a suitable solvent for the precise mixture analysis and for determining physical properties of the binder. This research project makes a significant contribution to the assessment of a possible substitution of Tri by methyl octanoate (OME). Aspects of health and safety, technical and economic conditions and influences on the results of the mixture analysis and physical properties of the recovered binder are examined.

OME is a mostly harmless bitumen-dissolving ester made from organic oil having a boiling point of about 193 °C, a freezing point of about -40 °C and a characteristic smell of coconut (therefore called coconut ester). Above a temperature of about 245 °C the solvent vapor is highly inflammable in contact with oxygen. Temperatures above 200 °C must therefore be avoided in the laboratory, which is why the hot extraction with OME as a solvent should not be carried out for the operator's protection. The extraction in a closed enclosure can reduce the boiling point as a result of reduced pressure and thus makes the automated execution of a binder extraction possible.

In this research project tests were conducted on a total of 7 asphalt mixture variants with different binders. The number of asphalt mixtures is too low in order to derive statistically reliable statements, but it is a first fundamental basis to be able to perform assessments.

In the results of the mixture analysis with OME compared to the results using Tri as a solvent there no significant differences. Both the specific binder content and the specific filler content are evaluated mostly identical under application of the two solvents.

After the process of the binder extraction the solvent is separated from the bitumen phase in a rotary evaporator. This process of distillation has been optimized as much as possible for the rotary evaporator normally present in the asphalt laboratory. However, it was not possible to separate all of the solvent from the bitumen phase, which is why solvent residues are remaining in the bitumen. This leads to changes in the physical properties of the recovered binders. The majority of the recovered binders with OME are softer in all examined temperature ranges than after recovery with Tri. The results of the comparative tests indicate that the amount of residual solvent remaining in the bitumen depends on the distillation device used. Thus, the comparability of results from tests on the recovered bitumen binders with OME is too low.

Suggestions for further investigations

The distillation process is a challenge due to the high boiling point of the solvent OME (193 °C instead of 87 °C at Tri) which may require technical adjustments of the distillation machine. The technical influences on the retention of solvent residues in the bitumen should be systematically reviewed and, where appropriate, documented in a normative document. This would ensure the comparability of determined physical properties of bitumen.

The development phase of the extraction machine should be completed in the near future, so that the device technology is reliable. Finally, at the point of the final ban on use of Tri reliable devices should be provided in a sufficient number.

Following the optimization of the extraction machine and the distillation, the precision of the method for the mixture analysis and the method for the determination of physical parameters on the recovered binder using OME as a solvent should be determined again. Only then reliably parameters for contractual issues can be defined. It is recommended to initiate a collaborative test series with at least 13 participating laboratories, as soon as enough devices are available in the laboratories.

The solvent OME is supposed to be harmless for the scope of automated extractions, but this assumption is not clarified so far. In any case, occupational health monitoring in routine use should be conducted in order to identify workplace

concentrations and possible long-term consequences at an early stage.

In this research, it has been determined that OME can be reused frequently after recovery without changing essential chemical properties. The limit of the repeated application of OME should be determined and parameters should be specified, which enable the operator to control the solvent quality.

Abbildungsverzeichnis

- Bild 1: Chemische Trennung des Bitumens (GEHRKE et al., 2014)
- Bild 2: Bitumen-Lösevermögen verschiedener Lösemittel bei 26 °C im Vergleich
- Bild 3: Heißextraktion mit OME als Lösemittel – Kondensation der Lösemitteldämpfe am Glasbehälter bei einer Temperatur von ca. 120 °C
- Bild 4: Heißextraktion mit OME als Lösemittel – zusätzliche Erwärmung der Glaswandung im unteren Bereich durch Infrarotbestrahlung
- Bild 5: Heißextraktion mit OME als Lösemittel – zusätzliche Erwärmung der Glaswandung im oberen Bereich durch Infrarotbestrahlung
- Bild 6: Heißextraktion mit OME als Lösemittel – ergänzt durch mineralische Thermoisolierung
- Bild 7: Heißextraktion mit OME als Lösemittel – ergänzt durch eine isolierende Mineralstofffasermatte
- Bild 8: Sieblinien für AC 11 D S, 50/70 nach Heißextraktion mit OME als Lösemittel mit Extraktionsdauern von 2 und 4 Stunden (Mittelwerte)
- Bild 9: Bindemittelgehalt nach Rückgewinnungsverfahren für AC 11 D S, 50/70 nach Heißextraktion mit OME als Lösemittel mit Extraktionsdauern von 2 und 4 Stunden (Mittelwerte)
- Bild 10: Füllergehalt für AC 11 D S, 50/70 nach Heißextraktion mit OME als Lösemittel mit Extraktionsdauern von 2 und 4 Stunden (Mittelwerte)
- Bild 11: Sieblinien für AC 11 D S, 50/70 nach Heißextraktion mit OME als Lösemittel: Wiederholbarkeit
- Bild 12: Füllergehalt für AC 11 D S, 50/70 nach Heißextraktion mit OME als Lösemittel: Wiederholbarkeit
- Bild 13: Bindemittelgehalt nach Rückgewinnungsverfahren für AC 11 D S, 50/70 nach Heißextraktion mit OME als Lösemittel: Wiederholbarkeit
- Bild 14: Sieblinien für AC 11 D S nach Heißextraktion (Heiß) und automatischer Extraktion (Automat) jeweils mit OME und Tri als Lösemittel
- Bild 15: Füllergehalt für AC 11 D S nach Heißextraktion (Heiß) und automatischer Extraktion (Automat) jeweils mit OME und Tri als Lösemittel
- Bild 16: Bindemittelgehalt nach Rückgewinnungsverfahren für AC 11 D S nach Heißextraktion (Heiß) und automatischer Extraktion (Automat) jeweils mit OME und Tri als Lösemittel
- Bild 17: Am ISBS verwendeter Rotationsverdampfer mit Ölbad und Membran-Vakuumpumpe
- Bild 18: Anlage am ISBS für die automatische Extraktion mit OME als Lösemittel
- Bild 19: Sieblinien für AC 11 D S, 50/70 nach automatischer Extraktion mit OME als Lösemittel mit einfacher und doppelter Anzahl an Waschgängen (Mittelwerte)
- Bild 20: Bindemittelgehalt nach Rückgewinnungsverfahren für AC 11 D S, 50/70 nach automatischer Extraktion mit OME als Lösemittel mit einfacher und doppelter Anzahl an Waschgängen (Mittelwerte)
- Bild 21: Füllergehalt für AC 11 D S, 50/70 nach automatischer Extraktion mit OME als Lösemittel mit einfacher und doppelter Anzahl an Waschgängen (Mittelwerte)
- Bild 22: Ablagerung des Teilfüllers zwischen Waschtrommel und Waschkammer nach Abschluss der automatischen Extraktion mit OME
- Bild 23: Verteilung des Gesamtfüllers für AC 11 D S in der Extraktionsanlage nach automatischer Extraktion mit OME als Lösemittel
- Bild 24: Sieblinien für AC 11 D S, 50/70 nach automatischer Extraktion mit OME als Lösemittel: Wiederholbarkeit
- Bild 25: Füllergehalt für AC 11 D S, 50/70 nach automatischer Extraktion mit OME als Lösemittel: Wiederholbarkeit

- Bild 26: Bindemittelgehalt nach Rückgewinnungsverfahren des AC 11 D S nach automatischer Extraktion mit OME als Lösemittel: Wiederholbarkeit
- Bild 27: Sieblinien des AC 11 D S nach automatischer Extraktion (Automat) mit OME und Tri als Lösemittel
- Bild 28: Füllergehalt für AC 11 D S nach automatischer Extraktion (Automat) mit OME und Tri als Lösemittel
- Bild 29: Bindemittelgehalt nach Rückgewinnungsverfahren für AC 11 D S nach automatischer Extraktion (Automat) mit OME und Tri als Lösemittel
- Bild 30: GCMS-Chromatogramme von frischem Bitumen und reinem Toluol (nur Toluol nachweisbar)
- Bild 31: GCMS-Chromatogramme von frischem OME und reinem Toluol
- Bild 32: GCMS-Chromatogramme von frischem und mit Tri extrahiertem Bitumen (nur Toluol nachweisbar)
- Bild 33: GCMS-Chromatogramme von frischem und mit OME extrahiertem Bitumen
- Bild 34: GCMS-Chromatogramme von frischem OME und mit OME extrahiertem Bitumen
- Bild 35: GCMS-Chromatogramme von frischen und 10x destilliertem OME
- Bild 36: FID-Chromatogramme vom frischen, 1x destilliertem und 10x destilliertem OME
- Bild 37: GCMS-Chromatogramm für Raumluftmessung der Umgebungsluft im normalen Arbeitsbereich
- Bild 38: GCMS-Chromatogramm für Raumluftmessung der Umgebungsluft im normalen Arbeitsbereich 30 cm oberhalb einer mit OME gefüllten Mensur
- Bild 39: GCMS-Chromatogramm für Raumluftmessung der Umgebungsluft im normalen Arbeitsbereich oberhalb des Verdampfungskolbens nach abgeschlossener Destillation
- Bild 40: Sieblinien für PA 8 mit polymermodifiziertem Bitumen 40/100-65 A, ermittelt nach Extraktion mittels Tri und OME
- Bild 41: Verteilung der Korngrößen für PA 8 mit polymermodifiziertem Bitumen 40/100-65 A, ermittelt nach Extraktion mittels Tri und OME
- Bild 42: Fülleranteile und resultierender Füllergehalt für PA 8 mit polymermodifiziertem Bitumen 40/100-65 A, ermittelt nach Extraktion mittels Tri und OME
- Bild 43: Bindemittelgehalt nach Differenzverfahren und nach Rückgewinnungsverfahren für PA 8 mit polymermodifiziertem Bitumen 40/100-65 A, ermittelt nach Extraktion mittels Tri und OME
- Bild 44: Sieblinien für SMA 8 S mit polymermodifiziertem Bitumen 25/55-55 A, ermittelt nach Extraktion mittels Tri und OME
- Bild 45: Verteilung der Korngrößen für SMA 8 S mit polymermodifiziertem Bitumen 25/55-55 A, ermittelt nach Extraktion mittels Tri und OME
- Bild 46: Fülleranteile und resultierender Füllergehalt für SMA 8 mit polymermodifiziertem Bitumen 25/55-55 A, ermittelt nach Extraktion mittels Tri und OME
- Bild 47: Bindemittelgehalt nach Differenzverfahren und nach Rückgewinnungsverfahren für SMA 8 mit polymermodifiziertem Bitumen 25/55-55 A, ermittelt nach Extraktion mittels Tri und OME
- Bild 48: Sieblinien für AC 11 D S mit Straßenbaubitumen 50/70, ermittelt nach Extraktion mittels Tri und OME
- Bild 49: Verteilung der Korngrößen für AC 11 D S mit Straßenbaubitumen 50/70, ermittelt nach Extraktion mittels Tri und OME
- Bild 50: Fülleranteile und resultierender Füllergehalt für AC 11 D S mit Straßenbaubitumen 50/70, ermittelt nach Extraktion mittels Tri und OME
- Bild 51: Bindemittelgehalt nach Differenzverfahren und nach Rückgewinnungsverfahren für AC 11 D S mit Straßenbaubitumen 50/70, ermittelt nach Extraktion mittels Tri und OME
- Bild 52: Sieblinien für SMA 11 S mit polymermodifiziertem Bitumen 25/55-55 A, ermittelt nach Extraktion mittels Tri und OME

- Bild 53: Verteilung der Korngrößen für SMA 11 S mit polymermodifiziertem Bitumen 25/55-55 A, ermittelt nach Extraktion mittels Tri und OME
- Bild 54: Fülleranteile und resultierender Füllergehalt für SMA 11 S mit polymermodifiziertem Bitumen 25/55-55 A, ermittelt nach Extraktion mittels Tri und OME
- Bild 55: Bindemittelgehalt nach Differenzverfahren und nach Rückgewinnungsverfahren für SMA 11 S mit polymermodifiziertem Bitumen 25/55-55 A, ermittelt nach Extraktion mittels Tri und OME
- Bild 56: Sieblinien für MA 11 S mit Straßenbaubitumen 20/30 NV, ermittelt nach Extraktion mittels Tri und OME
- Bild 57: Verteilung der Korngrößen für MA 11 S mit Straßenbaubitumen 20/30 NV, ermittelt nach Extraktion mittels Tri und OME
- Bild 58: Fülleranteile und resultierender Füllergehalt für MA 11 S mit Straßenbaubitumen 20/30 NV, ermittelt nach Extraktion mittels Tri und OME
- Bild 59: Bindemittelgehalt nach Differenzverfahren und nach Rückgewinnungsverfahren für MA 11 S mit Straßenbaubitumen 20/30 NV, ermittelt nach Extraktion mittels Tri und OME
- Bild 60: Sieblinien für AC 22 T S mit Straßenbaubitumen 50/70, ermittelt nach Extraktion mittels Tri und OME
- Bild 61: Verteilung der Korngrößen für AC 22 T S mit Straßenbaubitumen 50/70, ermittelt nach Extraktion mittels Tri und OME
- Bild 62: Fülleranteile und resultierender Füllergehalt für AC 22 T S mit Straßenbaubitumen 50/70, ermittelt nach Extraktion mittels Tri und OME
- Bild 63: Bindemittelgehalt nach Differenzverfahren und nach Rückgewinnungsverfahren für AC 22 T S mit Straßenbaubitumen 50/70, ermittelt nach Extraktion mittels Tri und OME
- Bild 64: Sieblinien für AC 32 T S mit Straßenbaubitumen 70/100, ermittelt nach Extraktion mittels Tri und OME
- Bild 65: Verteilung der Korngrößen für AC 32 T S mit Straßenbaubitumen 70/100, ermittelt nach Extraktion mittels Tri und OME
- Bild 66: Fülleranteile und resultierender Füllergehalt für AC 32 T S mit Straßenbaubitumen 70/100, ermittelt nach Extraktion mittels Tri und OME
- Bild 67: Bindemittelgehalt nach Differenzverfahren und nach Rückgewinnungsverfahren für AC 32 T S mit Straßenbaubitumen 70/100, ermittelt nach Extraktion mittels Tri und OME
- Bild 68: Erweichungspunkt Ring und Kugel von polymermodifizierten Bitumen 40/100-65 A im frischen Zustand und nach Extraktion aus PA 8 mittels Tri und OME (Mittelwerte)
- Bild 69: Nadelpenetration von polymermodifizierten Bitumen 40/100-65 A im frischen Zustand und nach Extraktion aus PA 8 mittels Tri und OME (Mittelwerte)
- Bild 70: Temperaturabhängigkeit des komplexen Schermoduls und Phasenwinkels bei 1,59 Hz von polymermodifizierten Bitumen 40/100-65 A im frischen Zustand und nach Extraktion aus PA 8 mittels Tri und OME (Mittelwerte)
- Bild 71: Komplexer Schermodul bei 60 °C und 1,59 Hz von polymermodifizierten Bitumen 40/100-65 A im frischen Zustand und nach Extraktion aus PA 8 mittels Tri und OME (Mittelwerte)
- Bild 72: Phasenwinkel bei 60 °C und 1,59 Hz von polymermodifizierten Bitumen 40/100-65 A im frischen Zustand und nach Extraktion aus PA 8 mittels Tri und OME (Mittelwerte)
- Bild 73: Biegebiegesteifigkeit bei -16 °C von polymermodifizierten Bitumen 40/100-65 A im frischen Zustand und nach Extraktion aus PA 8 mittels Tri und OME (Mittelwerte)
- Bild 74: m-Wert bei -16 °C von polymermodifizierten Bitumen 40/100-65 A im frischen Zustand und nach Extraktion aus PA 8 mittels Tri und OME (Mittelwerte)

- Bild 75: Kraft-Duktilitäts-Kurve bei 25 °C von polymermodifizierten Bitumen 40/100-65 A im frischen Zustand und nach Extraktion aus PA 8 mittels Tri und OME (Mittelwerte)
- Bild 76: Maximale Kraft in der Kraft-Duktilitäts-Prüfung bei 25 °C von polymermodifizierten Bitumen 40/100-65 A im frischen Zustand und nach Extraktion aus PA 8 mittels Tri und OME (Mittelwerte)
- Bild 77: Gesamte Verformungsarbeit in der Kraft-Duktilitäts-Prüfung bei 25 °C von polymermodifizierten Bitumen 40/100-65 A im frischen Zustand und nach Extraktion aus PA 8 mittels Tri und OME (Mittelwerte)
- Bild 78: Elastische Rückstellung bei 25 °C des polymermodifizierten Bitumen 40/100-65 A im frischen Zustand und nach Extraktion aus PA 8 mittels Tri und OME (Mittelwerte)
- Bild 79: Erweichungspunkt Ring und Kugel von polymermodifizierten Bitumen 25/55-55 A im frischen Zustand und nach Extraktion aus SMA 8 S mittels Tri und OME (Mittelwerte)
- Bild 80: Nadelpenetration von polymermodifizierten Bitumen 25/55-55 A im frischen Zustand und nach Extraktion aus SMA 8 S mittels Tri und OME (Mittelwerte)
- Bild 81: Temperaturabhängigkeit des komplexen Schermoduls und Phasenwinkels bei 1,59 Hz von polymermodifizierten Bitumen 25/55-55 A im frischen Zustand und nach Extraktion aus SMA 8 S mittels Tri und OME (Mittelwerte)
- Bild 82: Komplexer Schermodul bei 60 °C und 1,59 Hz von polymermodifizierten Bitumen 25/55-55 A im frischen Zustand und nach Extraktion aus SMA 8 S mittels Tri und OME (Mittelwerte)
- Bild 83: Phasenwinkel bei 60 °C und 1,59 Hz von polymermodifizierten Bitumen 25/55-55 A im frischen Zustand und nach Extraktion aus SMA 8 S mittels Tri und OME (Mittelwerte)
- Bild 84: Biegekriechsteifigkeit bei -16 °C von polymermodifizierten Bitumen 25/55-55 A im frischen Zustand und nach Extraktion aus SMA 8 S mittels Tri und OME (Mittelwerte)
- Bild 85: m-Wert bei -16 °C von polymermodifizierten Bitumen 25/55-55 A im frischen Zustand und nach Extraktion aus SMA 8 S mittels Tri und OME (Mittelwerte)
- Bild 86: Kraft-Duktilitäts-Kurve bei 25 °C von polymermodifizierten Bitumen 25/55-55 A im frischen Zustand und nach Extraktion aus SMA 8 S mittels Tri und OME (Mittelwerte)
- Bild 87: Maximale Kraft in der Kraft-Duktilitäts-Prüfung bei 25 °C von polymermodifizierten Bitumen 25/55-55 A im frischen Zustand und nach Extraktion aus SMA 8 S mittels Tri und OME (Mittelwerte)
- Bild 88: Gesamte Verformungsarbeit in der Kraft-Duktilitäts-Prüfung bei 25 °C von polymermodifizierten Bitumen 25/55-55 A im frischen Zustand und nach Extraktion aus SMA 8 S mittels Tri und OME (Mittelwerte)
- Bild 89: Elastische Rückstellung bei 25 °C des polymermodifizierten Bitumen 25/55-55 A im frischen Zustand und nach Extraktion aus SMA 8 S mittels Tri und OME (Mittelwerte)
- Bild 90: Erweichungspunkt Ring und Kugel von Straßenbaubitumen 50/70 im frischen Zustand und nach Extraktion aus AC 11 D S mittels Tri und OME (Mittelwerte)
- Bild 91: Nadelpenetration von Straßenbaubitumen 50/70 im frischen Zustand und nach Extraktion aus AC 11 D S mittels Tri und OME (Mittelwerte)
- Bild 92: Temperaturabhängigkeit des komplexen Schermoduls und Phasenwinkels bei 1,59 Hz von Straßenbaubitumen 50/70 im frischen Zustand und nach Extraktion aus AC 11 D S mittels Tri und OME (Mittelwerte)
- Bild 93: Komplexer Schermodul bei 60 °C und 1,59 Hz von Straßenbaubitumen 50/70 im frischen Zustand und nach Extraktion aus AC 11 D S mittels Tri und OME (Mittelwerte)
- Bild 94: Phasenwinkel bei 60 °C und 1,59 Hz von Straßenbaubitumen 50/70 im frischen Zustand und nach Extraktion aus AC 11 D S mittels Tri und OME (Mittelwerte)

- Bild 95: Biegekriechsteifigkeit bei $-16\text{ }^{\circ}\text{C}$ von Straßenbaubitumen 50/70 im frischen Zustand und nach Extraktion aus AC 11 D S mittels Tri und OME (Mittelwerte)
- Bild 96: m-Wert bei $-16\text{ }^{\circ}\text{C}$ von Straßenbaubitumen 50/70 im frischen Zustand und nach Extraktion aus AC 11 D S mittels Tri und OME (Mittelwerte)
- Bild 97: Kraft-Duktilitäts-Kurve bei $25\text{ }^{\circ}\text{C}$ von Straßenbaubitumen 50/70 im frischen Zustand und nach Extraktion aus AC 11 D S mittels Tri und OME (Mittelwerte)
- Bild 98: Maximale Kraft in der Kraft-Duktilitäts-Prüfung bei $25\text{ }^{\circ}\text{C}$ von Straßenbaubitumen 50/70 im frischen Zustand und nach Extraktion aus AC 11 D S mittels Tri und OME (Mittelwerte)
- Bild 99: Gesamte Verformungsarbeit in der Kraft-Duktilitäts-Prüfung bei $25\text{ }^{\circ}\text{C}$ von Straßenbaubitumen 50/70 im frischen Zustand und nach Extraktion aus AC 11 D S mittels Tri und OME (Mittelwerte)
- Bild 100: Erweichungspunkt Ring und Kugel von polymermodifizierten Bitumen 25/55-55 A im frischen Zustand und nach Extraktion aus SMA 11 S mittels Tri und OME (Mittelwerte und Spannweite)
- Bild 101: Nadelpenetration von polymermodifizierten Bitumen 25/55-55 A im frischen Zustand und nach Extraktion aus SMA 11 S mittels Tri und OME (Mittelwerte und Spannweite)
- Bild 102: Temperaturabhängigkeit des komplexen Schermoduls und Phasenwinkels bei $1,59\text{ Hz}$ von polymermodifizierten Bitumen 25/55-55 A im frischen Zustand und nach Extraktion aus SMA 11 S mittels Tri und OME (Mittelwerte)
- Bild 103: Komplexer Schermodul bei $60\text{ }^{\circ}\text{C}$ und $1,59\text{ Hz}$ von polymermodifizierten Bitumen 25/55-55 A im frischen Zustand und nach Extraktion aus SMA 11 S mittels Tri und OME (Mittelwerte und Spannweite)
- Bild 104: Phasenwinkel bei $60\text{ }^{\circ}\text{C}$ und $1,59\text{ Hz}$ von polymermodifizierten Bitumen 25/55-55 A im frischen Zustand und nach Extraktion aus SMA 11 S mittels Tri und OME (Mittelwerte)
- Bild 105: Biegekriechsteifigkeit bei $-16\text{ }^{\circ}\text{C}$ von polymermodifizierten Bitumen 25/55-55 A im frischen Zustand und nach Extraktion aus SMA 11 S mittels Tri und OME (Mittelwerte)
- Bild 106: m-Wert bei $-16\text{ }^{\circ}\text{C}$ von polymermodifizierten Bitumen 25/55-55 A im frischen Zustand und nach Extraktion aus SMA 11 S mittels Tri und OME (Mittelwerte)
- Bild 107: Kraft-Duktilitäts-Kurve bei $25\text{ }^{\circ}\text{C}$ von polymermodifizierten Bitumen 25/55-55 A im frischen Zustand und nach Extraktion aus SMA 11 S mittels Tri und OME (Mittelwerte)
- Bild 108: Maximale Kraft in der Kraft-Duktilitäts-Prüfung bei $25\text{ }^{\circ}\text{C}$ von polymermodifizierten Bitumen 25/55-55 A im frischen Zustand und nach Extraktion aus SMA 11 S mittels Tri und OME (Mittelwerte)
- Bild 109: Gesamte Verformungsarbeit in der Kraft-Duktilitäts-Prüfung bei $25\text{ }^{\circ}\text{C}$ von polymermodifizierten Bitumen 25/55-55 A im frischen Zustand und nach Extraktion aus SMA 11 S mittels Tri und OME (Mittelwerte)
- Bild 110: Elastische Rückstellung bei $25\text{ }^{\circ}\text{C}$ des polymermodifizierten Bitumen 25/55-55 A im frischen Zustand und nach Extraktion aus SMA 11 S mittels Tri und OME (Mittelwerte)
- Bild 111: Erweichungspunkt Ring und Kugel von Straßenbaubitumen 20/30 NV im frischen Zustand und nach Extraktion aus MA 11 S mittels Tri und OME (Mittelwerte und Spannweite)
- Bild 112: Nadelpenetration von Straßenbaubitumen 20/30 NV im frischen Zustand und nach Extraktion aus MA 11 S mittels Tri und OME (Mittelwerte und Spannweite)
- Bild 113: Temperaturabhängigkeit des komplexen Schermoduls und Phasenwinkels bei $1,59\text{ Hz}$ von Straßenbaubitumen 20/30 NV im frischen Zustand und nach Extraktion aus MA 11 S mittels Tri und OME (Mittelwerte)
- Bild 114: Komplexer Schermodul bei $60\text{ }^{\circ}\text{C}$ und $1,59\text{ Hz}$ von Straßenbaubitumen 20/30 NV im frischen Zustand und nach Extraktion

- tion aus MA 11 S mittels Tri und OME (Mittelwerte)
- Bild 115: Phasenwinkel bei 60 °C und 1,5 Hz von Straßenbaubitumen 20/30 NV im frischen Zustand und nach Extraktion aus MA 11 S mittels Tri und OME (Mittelwerte)
- Bild 116: Biegekriechsteifigkeit bei -16 °C von Straßenbaubitumen 20/30 NV im frischen Zustand und nach Extraktion aus MA 11 S mittels Tri und OME (Mittelwerte)
- Bild 117: m-Wert bei -16 °C von Straßenbaubitumen 20/30 NV im frischen Zustand und nach Extraktion aus MA 11 S mittels Tri und OME (Mittelwerte)
- Bild 118: Kraft-Duktilitäts-Kurve bei 25 °C von Straßenbaubitumen 20/30 NV im frischen Zustand und nach Extraktion aus MA 11 S mittels Tri und OME (Mittelwerte)
- Bild 119: Maximale Kraft in der Kraft-Duktilitäts-Prüfung bei 25 °C von Straßenbaubitumen 20/30 NV im frischen Zustand und nach Extraktion aus MA 11 S mittels Tri und OME (Mittelwerte)
- Bild 120: Gesamte Verformungsarbeit in der Kraft-Duktilitäts-Prüfung bei 25 °C von Straßenbaubitumen 20/30 NV im frischen Zustand und nach Extraktion aus MA 11 S mittels Tri und OME (Mittelwerte)
- Bild 121: Erweichungspunkt Ring und Kugel von Straßenbaubitumen 50/70 im frischen Zustand und nach Extraktion aus AC 22 T S mittels Tri und OME (Mittelwerte und Spannweite)
- Bild 122: Nadelpenetration von Straßenbaubitumen 50/70 im frischen Zustand und nach Extraktion aus AC 22 T S mittels Tri und OME (Mittelwerte und Spannweite)
- Bild 123: Temperaturabhängigkeit des komplexen Schermoduls und Phasenwinkels bei 1,5: Hz von Straßenbaubitumen 50/70 im frischen Zustand und nach Extraktion aus AC 22 T S mittels Tri und OME (Mittelwerte)
- Bild 124: Komplexer Schermodul bei 60 °C und 1,5 Hz von Straßenbaubitumen 50/70 im frischen Zustand und nach Extraktion aus AC 22 T S mittels Tri und OME (Mittelwerte)
- Bild 125: Phasenwinkel bei 60 °C und 1,59 Hz von Straßenbaubitumen 50/70 im frischen Zustand und nach Extraktion aus AC 22 T S mittels Tri und OME (Mittelwerte)
- Bild 126: Biegekriechsteifigkeit bei -16 °C von Straßenbaubitumen 50/70 im frischen Zustand und nach Extraktion aus AC 22 T S mittels Tri und OME (Mittelwerte)
- Bild 127: m-Wert bei -16 °C von Straßenbaubitumen 50/70 im frischen Zustand und nach Extraktion aus AC 22 T S mittels Tri und OME (Mittelwerte)
- Bild 128: Kraft-Duktilitäts-Kurve bei 25 °C von Straßenbaubitumen 50/70 im frischen Zustand und nach Extraktion aus AC 22 T S mittels Tri und OME (Mittelwerte)
- Bild 129: Maximale Kraft in der Kraft-Duktilitäts-Prüfung bei 25 °C von Straßenbaubitumen 50/70 im frischen Zustand und nach Extraktion aus AC 22 T S mittels Tri und OME (Mittelwerte)
- Bild 130: Gesamte Verformungsarbeit in der Kraft-Duktilitäts-Prüfung bei 25 °C von Straßenbaubitumen 50/70 im frischen Zustand und nach Extraktion aus AC 22 T S mittels Tri und OME (Mittelwerte)
- Bild 131: Erweichungspunkt Ring und Kugel von Straßenbaubitumen 70/100 im frischen Zustand und nach Extraktion aus AC 32 T S mittels Tri und OME (Mittelwerte und Spannweite)
- Bild 132: Nadelpenetration von Straßenbaubitumen 70/100 im frischen Zustand und nach Extraktion aus AC 32 T S mittels Tri und OME (Mittelwerte und Spannweite)
- Bild 133: Temperaturabhängigkeit des komplexen Schermoduls und Phasenwinkels bei 1,59 Hz von Straßenbaubitumen 70/100 im frischen Zustand und nach Extraktion aus AC 32 T S mittels Tri und OME (Mittelwerte)
- Bild 134: Komplexer Schermodul bei 60 °C und 1,59 Hz von Straßenbaubitumen 70/100 im frischen Zustand und nach Extraktion aus AC 32 T S mittels Tri und OME (Mittelwerte)
- Bild 135: Phasenwinkel bei 60 °C und 1,59 Hz von Straßenbaubitumen 70/100 im frischen

- Zustand und nach Extraktion aus AC 32 T S mittels Tri und OME (Mittelwerte)
- Bild 136: Biegekriechsteifigkeit bei -16 °C von Straßenbaubitumen 70/100 im frischen Zustand und nach Extraktion aus AC 32 T S mittels Tri und OME (Mittelwerte)
- Bild 137: m-Wert bei -16 °C von Straßenbaubitumen 70/100 im frischen Zustand und nach Extraktion aus AC 32 T S mittels Tri und OME (Mittelwerte)
- Bild 138: Kraft-Duktilitäts-Kurve bei 25 °C von Straßenbaubitumen 70/100 im frischen Zustand und nach Extraktion aus AC 32 T S mittels Tri und OME (Mittelwerte)
- Bild 139: Maximale Kraft in der Kraft-Duktilitäts-Prüfung bei 25 °C von Straßenbaubitumen 70/100 im frischen Zustand und nach Extraktion aus AC 32 T S mittels Tri und OME (Mittelwerte)
- Bild 140: Gesamte Verformungsarbeit in der Kraft-Duktilitäts-Prüfung bei 25 °C von Straßenbaubitumen 70/100 im frischen Zustand und nach Extraktion aus AC 32 T S mittels Tri und OME (Mittelwerte)
- Bild 141: Vergleichsuntersuchung 1: Sieblinien für AC 22 T S mit Straßenbaubitumen 50/70, ermittelt nach Extraktion mittels OME
- Bild 142: Vergleichsuntersuchung 1: Verteilung der Korngrößen für AC 22 T S mit Straßenbaubitumen 50/70, ermittelt nach Extraktion mittels OME
- Bild 143: Vergleichsuntersuchung 1: Fülleranteile und resultierender Füllergehalt für AC 22 T S mit Straßenbaubitumen 50/70, ermittelt nach Extraktion mittels OME
- Bild 144: Vergleichsuntersuchung 1: Bindemittelgehalt nach Differenzverfahren und nach Rückgewinnungsverfahren für AC 22 T S mit Straßenbaubitumen 50/70, ermittelt nach Extraktion mittels OME
- Bild 145: Vergleichsuntersuchung 1: Erweichungspunkt Ring und Kugel von Straßenbaubitumen 50/70 nach Extraktion aus AC 22 T S mittels Tri und OME
- Bild 146: Vergleichsuntersuchung 1: Nadelpenetration von Straßenbaubitumen 50/70 nach Extraktion aus AC 22 T S mittels Tri und OME
- Bild 147: Vergleichsuntersuchung 1: Komplexer Schermodul bei 60 °C und 1,59 Hz von Straßenbaubitumen 50/70 nach Extraktion aus AC 22 T S mittels Tri und OME
- Bild 148: Vergleichsuntersuchung 1: Phasenwinkel bei 60 °C und 1,59 Hz von Straßenbaubitumen 50/70 nach Extraktion aus AC 22 T S mittels Tri und OME
- Bild 149: Vergleichsuntersuchung 1: Biegekriechsteifigkeit bei -16 °C von Straßenbaubitumen 50/70 nach Extraktion aus AC 22 T S mittels Tri und OME
- Bild 150: Vergleichsuntersuchung 1: m-wert bei -16 °C von Straßenbaubitumen 50/70 nach Extraktion aus AC 22 T S mittels Tri und OME
- Bild 151: Vergleichsuntersuchung 1: Maximale Kraft in der Kraft-Duktilitäts-Prüfung bei 25 °C von Straßenbaubitumen 50/70 nach Extraktion aus AC 22 T S mittels Tri und OME
- Bild 152: Vergleichsuntersuchung 1: Gesamte Verformungsarbeit in der Kraft-Duktilitäts-Prüfung bei 25 °C von Straßenbaubitumen 50/70 nach Extraktion aus AC 22 T S mittels Tri und OME
- Bild 153: Vergleichsuntersuchung 2: Sieblinien für MA 11 S mit Straßenbaubitumen 20/30 V, ermittelt nach Extraktion mittels OME
- Bild 154: Vergleichsuntersuchung 2: Verteilung der Korngrößen für MA 11 S mit Straßenbaubitumen 20/30 V, ermittelt nach Extraktion mittels OME
- Bild 155: Vergleichsuntersuchung 2: Fülleranteile und resultierender Füllergehalt für MA 11 S mit Straßenbaubitumen 20/30 V, ermittelt nach Extraktion mittels OME
- Bild 156: Vergleichsuntersuchung 2: Bindemittelgehalt nach Differenzverfahren und nach Rückgewinnungsverfahren für MA 11 S

- mit Straßenbaubitumen 20/30 V, ermittelt nach Extraktion mittels OME
- Bild 157: Vergleichsuntersuchung 2: Erweichungspunkt Ring und Kugel von Straßenbaubitumen 20/30 V nach Extraktion aus MA 11 S mittels Tri und OME
- Bild 158: Vergleichsuntersuchung 2: Nadelpenetration von Straßenbaubitumen 20/30 V nach Extraktion aus MA 11 S mittels Tri und OME
- Bild 159: Vergleichsuntersuchung 2: Komplexer Schermodul bei 60 °C und 1,59 Hz von Straßenbaubitumen 20/30 V nach Extraktion aus MA 11 S mittels Tri und OME
- Bild 160: Vergleichsuntersuchung 2: Phasenwinkel bei 60 °C und 1,59 Hz von Straßenbaubitumen 20/30 V nach Extraktion aus MA 11 S mittels Tri und OME
- Bild 161: Vergleichsuntersuchung 2: Biegekrebstufigkeit bei -16 °C von Straßenbaubitumen 20/30 V nach Extraktion aus MA 11 S mittels Tri und OME
- Bild 162: Vergleichsuntersuchung 2: m-Wert bei -16 °C von Straßenbaubitumen 20/30 V nach Extraktion aus MA 11 S mittels Tri und OME
- Bild 163: Vergleichsuntersuchung 2: Maximale Kraft in der Kraft-Duktilitäts-Prüfung bei 25 °C von Straßenbaubitumen 20/30 V nach Extraktion aus MA 11 S mittels Tri und OME
- Bild 164: Vergleichsuntersuchung 2: Gesamte Verformungsarbeit in der Kraft-Duktilitäts-Prüfung bei 25 °C von Straßenbaubitumen 20/30 V nach Extraktion aus MA 11 S mittels Tri und OME
- Bild 165: Vergleichsuntersuchung 3: Sieblinien für SMA 8 S mit polymermodifiziertem Bitumen 25/55-55 A, ermittelt nach Extraktion mittels OME
- Bild 166: Vergleichsuntersuchung 3: Verteilung der Korngrößen für SMA 8 S mit polymermodifiziertem Bitumen 25/55-55 A, ermittelt nach Extraktion mittels OME
- Bild 167: Vergleichsuntersuchung 3: Fülleranteile und resultierender Füllergehalt für SMA 8 S mit polymermodifiziertem Bitumen 25/55-55 A, ermittelt nach Extraktion mittels OME
- Bild 168: Vergleichsuntersuchung 3: Bindemittelgehalt nach Differenzverfahren und nach Rückgewinnungsverfahren für SMA 8 S mit polymermodifiziertem Bitumen 25/55-55 A, ermittelt nach Extraktion mittels OME
- Bild 169: Vergleichsuntersuchung 3: Erweichungspunkt Ring und Kugel von polymermodifiziertem Bitumen 25/55-55 A nach Extraktion aus SMA 8 S mittels Tri und OME
- Bild 170: Vergleichsuntersuchung 3: Nadelpenetration von polymermodifiziertem Bitumen 25/55-55 A nach Extraktion aus SMA 8 S mittels Tri und OME
- Bild 171: Vergleichsuntersuchung 3: Komplexer Schermodul bei 60 °C und 1,59 Hz von polymermodifiziertem Bitumen 25/55-55 A nach Extraktion aus SMA 8 S mittels Tri und OME
- Bild 172: Vergleichsuntersuchung 3: Phasenwinkel bei 60 °C und 1,59 Hz von polymermodifiziertem Bitumen 25/55-55 A nach Extraktion aus SMA 8 S mittels Tri und OME
- Bild 173: Vergleichsuntersuchung 3: Biegekrebstufigkeit bei -16 °C von polymermodifiziertem Bitumen 25/55-55 A nach Extraktion aus SMA 8 S mittels Tri und OME
- Bild 174: Vergleichsuntersuchung 3: m-Wert bei -16 °C von polymermodifiziertem Bitumen 25/55-55 A nach Extraktion aus SMA 8 S mittels Tri und OME
- Bild 175: Vergleichsuntersuchung 3: Maximale Kraft in der Kraft-Duktilitäts-Prüfung bei 25 °C von polymermodifiziertem Bitumen 25/55-55 A nach Extraktion aus SMA 8 S mittels Tri und OME
- Bild 176: Vergleichsuntersuchung 3: Gesamte Verformungsarbeit in der Kraft-Duktilitäts-

Prüfung bei 25 °C von polymermodifiziertem Bitumen 25/55-55 A nach Extraktion aus SMA 8 S mittels Tri und OME

Bild 177: Änderung in den Ergebnissen des Füllergehalts infolge der Extraktion mittels OME anstelle von Tri (Grau: ISBS, Rot: Vergleichsuntersuchung mit Spannweite)

Bild 178: Änderung in den Ergebnissen des löslichen Bindemittelgehalts nach Rückgewinnungsverfahren infolge der Extraktion mittels OME anstelle von Tri (Grau: ISBS, Rot: Vergleichsuntersuchung mit Spannweite)

Bild 179: Änderung in den Ergebnissen des Erweichungspunktes infolge der Extraktion mittels OME anstelle von Tri (Grau: ISBS, Rot: Vergleichsuntersuchung mit Spannweite)

Bild 180: Änderung in den Ergebnissen der Nadelpenetration infolge der Extraktion mittels OME anstelle von Tri (Grau: ISBS, Rot: Vergleichsuntersuchung mit Spannweite)

Bild 181: Änderung in den Ergebnissen des komplexen Schermoduls bei 60 °C und 1,59 Hz infolge der Extraktion mittels OME anstelle von Tri (Grau: ISBS, Rot: Vergleichsuntersuchung mit Spannweite)

Bild 182: Änderung in den Ergebnissen des Phasenwinkels bei 60 °C und 1,59 Hz infolge der Extraktion mittels OME anstelle von Tri (Grau: ISBS, Rot: Vergleichsuntersuchung mit Spannweite)

Bild 183: Änderung in den Ergebnissen der Biegekriechsteifigkeit bei -16 °C infolge der Extraktion mittels OME anstelle von Tri (Grau: ISBS, Rot: Vergleichsuntersuchung mit Spannweite)

Bild 184: Änderung in den Ergebnissen des m-Wertes bei -16 °C infolge der Extraktion mittels OME anstelle von Tri (Grau: ISBS, Rot: Vergleichsuntersuchung mit Spannweite)

Bild 185: Änderung in den Ergebnissen der Verformungsenergie (0,2 bis 0,4 m Ausziehlänge) in der Kraftduktilitätsprüfung bei 25 °C infolge der Extraktion mittels OME anstelle von Tri (Grau: ISBS, Rot: Vergleichsuntersuchung mit Spannweite)

Tabellenverzeichnis

- Tab. 1: Eigenschaften von Octansäuremethylester (ROTH, 2011; P&G Chemicals, 2011; UPS, 2009; Gestis, 2014) und Trichlorethylen (ROTH, 2011; PanReac AppliChem, 2014) gemäß Sicherheitsdatenblättern
- Tab. 2: Für die Extraktion vorgesehene Asphaltarten bzw. -sorten
- Tab. 3: Übersicht über Kenngrößen von Asphaltmischgut und Bindemittel
- Tab. 4: Vergleich zweier Mittelwerte unabhängiger Stichproben normalverteilter Grundgesamtheiten (SACHS, 1984)
- Tab. 5: Spannweiten bei Heißextraktion mit OME als Lösemittel für AC 11 D S, 50/70
- Tab. 6: Spannweite des Bindemittelgehalts bei Heißextraktion mit OME als Lösemittel für AC 11 D S, 50/70
- Tab. 7: Destillationsbedingungen zur Bindemittelrückgewinnung aus Bitumen-Lösemittel-Gemischen
- Tab. 8: Parameter einer Programmdatei
- Tab. 9: Spannweiten bei automatischer Extraktion mit OME als Lösemittel für AC 11 D S, 50/70
- Tab. 10: Spannweite des Bindemittelgehalts bei automatischer Extraktion mit OME als Lösemittel für AC 11 D S, 50/70
- Tab. 11: Optimierte Parameter für die automatisierte Extraktion mit OME als Lösemittel
- Tab. 12: Vorgaben für die Extraktion und Rückgewinnung von Bindemittel aus Asphaltmischgut mit OME als Lösemittel
- Tab. 13: PA 8 mit polymermodifiziertem Bitumen 40/100-65 A: Ergebnis der Mischgutanalyse
- Tab. 14: PA 8 mit polymermodifiziertem Bitumen 40/100-65 A: Ergebnis der statistischen Auswertung
- Tab. 15: SMA 8 mit polymermodifiziertem Bitumen 25-55-55 A: Ergebnis der Mischgutanalyse
- Tab. 16: SMA 8 S mit polymermodifiziertem Bitumen 25/55-55 A: Ergebnis der statistischen Auswertung
- Tab. 17: AC 11 D S mit Straßenbaubitumen 50/70: Ergebnis der Mischgutanalyse
- Tab. 18: AC 11 D S mit Straßenbaubitumen 50/70: Ergebnis der statistischen Auswertung
- Tab. 19: SMA 11 S mit polymermodifiziertem Bitumen 25/55-55 A: Ergebnis der Mischgutanalyse
- Tab. 20: SMA 11 S mit polymermodifiziertem Bitumen 25/55-55 A: Ergebnis der statistischen Auswertung
- Tab. 21: MA 11 S mit Straßenbaubitumen 20/30 V: Ergebnis der Mischgutanalyse
- Tab. 22: MA 11 S mit Straßenbaubitumen 20/30 V: Ergebnis der statistischen Auswertung
- Tab. 23: AC 22 T S mit Straßenbaubitumen 50/70: Ergebnis der Mischgutanalyse
- Tab. 24: AC 22 T S mit Straßenbaubitumen 50/70: Ergebnis der statistischen Auswertung
- Tab. 25: AC 32 T S mit Straßenbaubitumen 70/100: Ergebnis der Mischgutanalyse
- Tab. 26: AC 32 T S mit Straßenbaubitumen 70/100: Ergebnis der statistischen Auswertung
- Tab. 27: Übersicht über erhobene Bitumenkenn-daten am polymermodifiziertem Bitumen 40/100-65 A
- Tab. 28: Übersicht über erhobene Bitumenkenn-daten am polymermodifiziertem Bitumen 25/55-55 A
- Tab. 29: Übersicht über erhobene Bitumenkenn-daten am Straßenbaubitumen 50/70
- Tab. 30: Übersicht über erhobene Bitumenkenn-daten am polymermodifiziertem Bitumen 25/55-55 A

- Tab. 31: Übersicht über erhobene Bitumenkenn-
daten am Straßenbaubitumen 20/30 NV
- Tab. 32: Übersicht über erhobene Bitumenkenn-
daten am Straßenbaubitumen 50/70
- Tab. 33: Übersicht über erhobene Bitumenkenn-
daten am Straßenbaubitumen 70/100
- Tab. 34: Kenndaten aus durchgeführten Misch-
gutanalysen der ersten Vergleichsunter-
suchung
- Tab. 35: Erhobene Bitumenkenndaten der ersten
Vergleichsuntersuchung
- Tab. 36: Kenndaten aus durchgeführten Misch-
gutanalysen der zweiten Vergleichsunter-
suchung
- Tab. 37: Erhobene Bitumenkenndaten der zweiten
Vergleichsuntersuchung
- Tab. 38: Kenndaten aus durchgeführten Misch-
gutanalysen der dritten Vergleichsunter-
suchung
- Tab. 39: Erhobene Bitumenkenndaten der dritten
Vergleichsuntersuchung
- Tab. 40: Verfahrenspräzision für Kenngrößen der
Mischgutanalyse gemäß FGSV (2013)
- Tab. 41: Verfahrenspräzision für Kenngrößen der
Bitumenprüfverfahren

Inhalt

Abbildungsverzeichnis	16	4 Ergebnisse	62
Tabellenverzeichnis	25	4.1 Chemische Untersuchungen	62
1 Bedeutung und Ziel des Forschungsprojekts	29	4.1.1 Flüchtige Bestandteile des Lösemittels und der Bindemittel	62
2 Grundlagen zur Löslichkeit und Bitumenextraktion	29	4.1.2 Emission der Raumluft	67
2.1 Löslichkeit von Bitumen	32	4.2 Reihenuntersuchungen an Asphaltmischgut	68
2.1.1 Notwendigkeit der Lösung von Bitumen	32	4.3 Reihenuntersuchungen an Bindemitteln	89
2.1.2 Grundstruktur von Bitumen-Lösemitteln	33	4.4 Vergleichsuntersuchungen	121
2.2 Forschungsaktivitäten zur Bitumenextraktion	35	4.4.1 AC 22 T S mit Straßenbaubitumen 50/70 (V8)	121
2.3 Lösemittleigenschaften von OME und Handhabung im Labor	39	4.4.2 MA 11 S mit Straßenbaubitumen 20/30 V (V10)	127
2.4 Bitumenlösevermögen von OME	41	4.4.3 SMA 8 S mit polymermodifiziertem Bitumen 25/55-55 A (V9)	132
3 Vorgehensweise	41	5 Bewertung der Untersuchungsergebnisse	137
3.1 Verwendete Materialien und Baustoffkomponenten	42	5.1 Lösemittleigenschaften	137
3.2 Laborprüfungen	42	5.2 Technische Rahmenbedingungen	138
3.3 Mathematische Instrumentarien zur Auswertung der Ergebnisse	42	5.3 Einfluss von OME auf Ergebnisse der Mischgutanalyse	139
3.3.1 Einfacher Varianzvergleich	43	5.4 Einfluss von OME auf Eigenschaften rückgewonnener Bindemittel	140
3.3.2 Einfacher Mittelwertvergleich	43	5.5 Wirtschaftliche Auswirkungen	144
3.4 Heißextraktion mittels OME	44	6 Zusammenfassung und Ausblick	155
3.4.1 Optimierung des Verfahrens	44	7 Literatur	146
3.5 Automatische Extraktion mit OME als Lösemittel	53		
3.5.1 Optimierung des Verfahrens	54		
3.5.2 Optimierte Verfahrensparameter	60		

1 Bedeutung und Ziel des Forschungsprojekts

Trichlorethen (auch Trichlorethylen oder Tri genannt) ist zurzeit das Standardlösemittel in der Bindemittel-Extraktion aus Asphaltmischgut. Die Verwendung von Trichlorethen ist gemäß REACH-Verordnung (TÄUBE, 2013) erheblichen Restriktionen unterworfen. Eine Substitutionspflicht besteht schon seit Jahren. Aus diesem Grund wurde in der Vergangenheit der Weg verfolgt, den Umgang mit Trichlorethen im Asphaltlabor beherrschbar zu gestalten und Trichlorethen weitestgehend in geschlossenen Systemen zu halten. In modernen Straßenbaulaboren konnte diese Vorgehensweise auch realisiert werden, während bis heute in kleinen Laboren meistens die technischen Möglichkeiten dazu fehlen.

Nun steht das Verwendungsverbot von Trichlorethen bevor. Innerhalb der nächsten Jahre ist daher ein alternativer Weg zu finden, um die primären Asphalteigenschaften Bindemittelgehalt, Korngrößenverteilung und Eigenschaften des rückgewonnenen Bitumens zielsicher zu bestimmen, sonst besteht letztlich keine Möglichkeit, die Asphaltzusammensetzung zu überprüfen.

Ein alternativer und gleichzeitig nachhaltiger Weg ist die Extraktion mit nachwachsenden Rohstoffen, wobei allerdings das Extraktionsverfahren noch zu definieren und so zu optimieren wäre, dass die Zusammensetzung und die Bitumeneigenschaften des rückgewonnenen Bitumens zielsicher beurteilt werden können. Ein aus nachwachsenden Rohstoffen herstellbares Lösemittel ist Octansäuremethylester (OME; wegen des Geruchs auch Kokosester genannt).

Ziel dieses Forschungsprojekts ist die Beurteilung der Eignung von Octansäuremethylester als mögliches Substitut von Trichlorethen zur Bindemittel-Extraktion aus Asphaltmischgut. Es werden die technischen Voraussetzungen für den Einsatz, die Auswirkungen auf die Ergebnisse von Laborprüfungen und eventuelle labortechnische Folgen analysiert. Die Möglichkeit der Substitution wird für verschiedene Asphaltarten und -sorten, für verschiedene Bitumenarten und -sorten überprüft.

2 Grundlagen zur Löslichkeit und Bitumenextraktion

Die Löslichkeit gibt den Anteil eines chemischen Reinstoffes an, der in einem Lösungsmittel gelöst werden kann (DIN EN 12592, 2015). Sie beschreibt somit die Eigenschaft eines Stoffes, sich unter homogener Verteilung (als Atome, Moleküle oder Ionen) mit dem Lösemittel zu vermischen. Hierbei wird zwischen qualitativer und quantitativer Löslichkeit unterschieden.

Die qualitative Löslichkeit beschreibt, in wie weit eine Substanz in einem bestimmten Lösemittel prinzipiell löslich ist. Dabei ist zu berücksichtigen, dass es generell für jeden Stoff eine minimale Löslichkeit gibt.

Die Löslichkeit ist abhängig von den molekularen Eigenschaften des zu lösenden Stoffes. Es gilt „Gleiches löst sich in gleichem“. Dies führt dazu, dass die Löslichkeit umso besser ist, je ähnlicher die Polarität des zu lösenden Stoffes und des Lösemittels sind (BENEDIX, 2008). Dieser Grundsatz gilt jedoch nur für Monomere und nicht für Polymere (REICHARDT, 1969). Monomere sind niedermolekulare Moleküle mit reaktionsfähigen Doppelbindungen oder funktionellen Gruppen, die sich zu Ketten und Polymeren zusammenschließen können (MORTIMER, 1986). Des Weiteren hängt die Löslichkeit von der Temperatur und dem Druck ab.

Ein Stoff A löst sich nur in einem Stoff B, wenn die zwischenmolekularen Anziehungskräfte K_{AA} und K_{BB} , die die Anziehungskräfte innerhalb der einzelnen Stoffe darstellen, durch die in der Lösung entstehenden Kräfte K_{AB} zwischen den Stoffen A und B kleiner sind: $K_{AB} > K_{AA}$; $K_{AB} > K_{BB}$ (REICHARDT, 1969).

Diese zwischenmolekularen Kräfte sind Kräfte, die zwischen den Molekülen einer Verbindung wirken und werden in zwei Gruppen eingeteilt:

- Die Primärbindungen: Hierzu gehören die Ionenbindung, die im Regelfall zwischen Metallen und Nichtmetallen wirkt; die Atombindung, die noch in unpolare Molekülbindung und polare Atombindung unterteilt werden kann und die Metall- oder metallische Bindung.
- Die Sekundärbindungen: Hierzu gehört die Wasserstoffbrückenbindung, welche eine besondere Art der Dipol-Dipol-Bindung ist. Dabei wirkt ein H-Atom als Brücke zwischen zwei

elektronegativen Atomen. Eine weitere Sekundärbindung stellt die Dipol-Dipol-Bindung dar, bei der sich entstehende Dipole gegenseitig elektrostatisch anziehen. Die van-der-Waals-Bindung ist die schwächste aller Sekundärbindungskräfte und sie entsteht durch zufällige Ladungsverschiebungen zwischen unpolaren oder nur schwach polaren Molekülen (hamm-chemie.de).

Diese Bindungsarten sind für die Löslichkeit zwischen zwei Stoffen wichtig, was im Folgenden anhand eines Beispiels erklärt wird:

Die Moleküle eines polaren Lösemittels weisen Dipolmomente auf und gehen dadurch mit den polaren Molekülen eines zu lösenden Stoffes Wechselwirkungen ein. Dasselbe gilt für unpolare Stoffe, denn diese sind nur in unpolaren Lösemitteln löslich. Wird der unpolare Tetrachlorkohlenstoff mit Wasser gemischt, bilden sich zwei Phasen, da die Anziehungskräfte zwischen den Wassermolekülen (Wasserstoffbrückenbindungen) viel größer sind, als die sogenannten Dispersionskräfte (van-der-Waals-Kräfte) der Tetrachlorkohlenstoff-Moleküle. Die anziehenden Kräfte zwischen den unpolaren CCl_4 -Molekülen und den H_2O -Dipolen sind zu schwach um gemeinsam in Lösung zu gehen (BENEDIX, 2008).

Neben der qualitativen Löslichkeit gibt es auch eine quantitative Löslichkeit. Diese beschreibt die Menge eines Stoffes, die in einem festgelegten Volumen eines bestimmten Lösemittels gelöst werden kann, bis die Lösung gesättigt ist. Sie wird auch Löslichkeitsgrenze genannt, da bei Überschreitung der Sättigungsgrenze eine zweite Phase gebildet wird (chemie.de).

Abhängigkeit der Löslichkeit von Druck, Temperatur und Konzentration

Die Löslichkeit ist überwiegend abhängig von der Polarität der verwendeten Stoffe, jedoch beeinflussen weitere Faktoren die Löslichkeit. Zu diesen Faktoren gehören der Druck, die Temperatur und die Konzentration des verwendeten Lösemittels.

In Abhängigkeit davon, ob beim Lösungsvorgang Energie freigesetzt oder aufgenommen wird, beeinflusst eine Änderung der Temperatur den Lösungsvorgang positiv oder negativ. Das Prinzip des kleinsten Zwanges von Le CHATELIER aus dem Jahre 1884 sagt aus, dass ein System, das sich im chemischen Gleichgewicht befindet, durch Änderung der

äußeren Bedingungen (Temperatur, Druck) Zwängen ausgesetzt wird. Das System weicht diesen Zwängen aus, indem sich das Gleichgewicht verschiebt (BENEDIX, 2008). Dieses Prinzip zeigt folgendes Beispiel:

Eine gesättigte Lösung steht im Gleichgewicht zu seinem Bodenkörper. Damit noch weiteres „Material“ in Lösung geht, ist eine Energiezufuhr notwendig. Dies stellt einen endothermen Lösungsvorgang dar. Bei Erhöhung der Temperatur führt dies zu einem Zwang und das System möchte diesem entgegen. Es werden somit die Vorgänge begünstigt, die Wärme verbrauchen. In diesem Fall führt es dazu, dass eine weitere Menge des Bodenkörpers in Lösung geht und die Löslichkeit erhöht wird. Verringert man die Temperatur, weicht das System in die Richtung der Vorgänge aus, bei denen eine Energieabgabe begünstigt wird und es fällt weiteres Material aus (BENEDIX, 2008).

Das Prinzip des kleinsten Zwanges gilt auch bei der Änderung des Druckes. Übt man auf ein System Druck aus, wird das Volumen verringert. Bei Verringerung des Druckes weicht das System dahingehend aus, dass die Reaktion bevorzugt wird, bei der das Volumen erhöht wird. Dieses Prinzip hat vor allem einen großen Einfluss bei Gasgleichgewichten, da die Löslichkeit eines Gases proportional zum Partialdruck des Gases ist (MORTIMER, 1986).

Eine weitere Größe, die den Lösungsvorgang beeinflussen kann, ist die Konzentration des beteiligten Lösemittels. Je höher die Konzentration, desto wahrscheinlicher ist eine Reaktion bzw. eine Vermischung des Lösemittels mit dem Reinstoff. Dies lässt sich anhand eines einfachen Kollisionsmodells erklären: Befinden sich in einem vorgegebenen Volumen ein Teilchen des Stoffes A und ein Teilchen des Stoffes B in einer bestimmten Zeit Δt und erhöht man nun die Konzentration, ist die Wahrscheinlichkeit einer Kollision der Teilchen größer und somit wird der Lösungsvorgang beschleunigt (EISNER et al., 2010).

Löslichkeitsparameter nach HILDEBRAND und HANSEN

Löslichkeitsparameter werden seit vielen Jahren in der chemischen Industrie, z. B. in der Lack- und Farbindustrie, für Verträglichkeits- und Löslichkeitsuntersuchungen genutzt (ZENKE, 1989). Die erste Quantifizierung bezüglich des Löslichkeitsverhal-

tens zwischen zwei Stoffen erfolgte durch J. H. HILDEBRAND 1935 (ZENKE, 1989).

Er entwickelte ein „universelles Materialkriterium zur Prognose von Mischbarkeiten, Löslichkeiten oder Verträglichkeiten“ (ZENKE, 1989), welches die molekularen Wechselbeziehungen zwischen zwei Stoffen darstellt und quantifiziert. Diese zwischenmolekularen Anziehungskräfte werden als Kohäsionsenergiedichte oder innere Verdampfungswärme e mit der Einheit MJ/m^3 angegeben (ZENKE, 1989). Der Hildebrandsche Löslichkeitsparameter δ_0 ergibt sich nach ZENKE (1989) zu:

$$\delta_0 = \sqrt{\text{MJ/m}^3}$$

mit

δ_0 Hildebrandscher Löslichkeitsparameter

e Kohäsionsenergiedichte [MJ/m^3]

Zwei Stoffe bilden nur dann eine Lösung, wenn zwischen den Teilchen beider nach Art und Größe gleiche Kohäsionsenergien vorliegen, also das Prinzip „Gleiches löst sich in gleichem“ gilt (ZENKE, 1989). Daher müssen auch die Löslichkeitsparameter zweier Stoffe ähnlich sein, die miteinander mischbar sind:

$$\delta_0 (\text{Lösemittel}) = \delta_0 (\text{Gelöstes})$$

Die Toleranz bei liegt bei ungefähr $4 \sqrt[2]{\text{MJ/m}^3}$, welche sich durch ein „thermodynamisch bedingtes Verteilungsspektrum der Kohäsionsenergiedichten“ (ZENKE, 1989) erklären lässt. Weichen die Löslichkeitsparameter der zu mischenden Stoffe mehr als $4 \sqrt[2]{\text{MJ/m}^3}$ voneinander ab, kann man eine homogene Mischung der beiden Stoffe ausschließen (ZENKE, 1989).

Den Hildebrandschen Löslichkeitsparameter kann man der Literatur entnehmen (z. B. CRC Handbook of Solubility Parameters and Other Cohesion Parameters). Fehlt der Parameter für ein Lösemittel in der Literatur, kann man ihn durch Versuche oder aus Berechnungen erhalten. Dies geschieht anhand aller Stoffdaten, die die Attraktionskräfte der Moleküle darstellen. Dazu gehören die molaren Verdampfungsenthalpien, Dampfdrücke, Siedepunkte und die Oberflächenspannung (ZENKE, 1989). Ebenfalls kann man ihn durch Löslichkeitsversuche mit Stoffen ermitteln, deren Parameter bereits bekannt sind (ZENKE, 1989).

Der Hildebrandsche Löslichkeitsparameter ist jedoch nur eindimensional. Er gilt nur für unpolare

Lösemittel und nicht für polare, sowie nicht für die Löslichkeit von Mischungen aus mehreren Lösemitteln. Zum Beispiel haben die beiden chemischen Stoffe 1-Butanol und Nitroethan denselben Hildebrandschen Löslichkeitsparameter, lösen Epoxidharz jedoch nicht. Mischt man nun 1-Butanol und Nitroethan im Verhältnis 1:1, bilden sie eine Lösung mit dem Epoxidharz (hansen-solubility.com).

Dies ist damit zu erklären, dass er nur bei Dispersionskräften „funktioniert“. Wirken jedoch noch weitere Attraktionskräfte, wie zum Beispiel aus elektrostatischen Ionenbeziehungen, Dipol-Dipol-Kräfte oder Wasserstoffbrückenbindungen, ist der Hildebrandsche Löslichkeitsparameter nicht mehr anwendbar. Der eindimensionale Parameter muss dann um zwei weitere Parameter ergänzt werden, welche die nicht-dispersiven Anteile berücksichtigen (ZENKE, 1989).

Diese Erweiterung um zwei weitere Parameter beschreibt der „Hansen solubility parameter“, der nach dem amerikanischen Wissenschaftler Charles M. HANSEN benannt ist. Dieser Parameter beschreibt die Beziehung zwischen zwei chemischen Substanzen, aus denen sich das voraussichtliche Löslichkeitsverhalten ableiten lässt. Neben den bereits im Hildebrandschen Löslichkeitsparameter enthaltenen Dispersionskräften, die bei HANSEN das Kürzel δ_D erhalten, wird die Polarität bzw. die Polarisierbarkeit der Moleküle δ_P berücksichtigt. Der dritte Anteil des Parameters δ_H umfasst die auf Wasserstoffbrückenbindungen beruhenden Attraktionskräfte (ZENKE, 1989). Der Löslichkeitsparameter nach HANSEN ist definiert zu:

$$\delta_0 = \sqrt{\delta_D^2 + \delta_P^2 + \delta_H^2}$$

Wirken nur Dispersionskräfte, wie z. B. bei Cyclohexan oder Isooktan, entspricht der Dispersionsanteil δ_D des Hansen-Parameters dem Hildebrandschen Löslichkeitsparameter δ_0 (ZENKE, 1989).

Der Parameter nach HANSEN wurde zunächst nur in der Farben- und Lackindustrie verwendet. Heutzutage dient er auch zur Ermittlung der Permeabilität von Lösemitteln durch Kunststoffe, was für die Entwicklung von Sicherheitshandschuhen oder Lebensmittelverpackungen relevant ist (hansen-solubility.com). Die Werte für den Löslichkeitsparameter nach HANSEN können der Literatur entnom-

men werden (z. B. Hansen Solubility Parameters: A User's Handbook).

2.1 Löslichkeit von Bitumen

Die chemisch-physikalische Zusammensetzung des Bitumens, bestehend aus einem hohen Anteil (80-88 %) an hochmolekularen Kohlenwasserstoffen, ist bei Umgebungstemperatur gegenüber den meisten anorganischen Säuren, Salzen und Laugen resistent (HUTSCHENREUTHER und WÖRNER, 1998). Erst durch eine Temperaturerhöhung verringert sich diese Widerstandsfähigkeit des Bitumens. Dies resultiert daraus, dass durch die Erhöhung der Temperatur die kinetische Energie der Teilchen erhöht wird und somit auch die Wahrscheinlichkeit, dass die Stoffe miteinander reagieren. Eine weitere Größe, die Einfluss auf die Löslichkeit nimmt, ist der Aggregatzustand der Chemikalien. Im flüssigen Zustand sind sie aggressiver gegenüber Bitumen, als im festen oder gasförmigen Zustand. Im Gegensatz dazu erhöht sich die Resistenz von Bitumen gegenüber allen Stoffen mit zunehmender Härte. Außerdem ist Bitumen unlöslich gegenüber Wasser, da Wasser polar und Bitumen unpolar ist. Dies macht es zu einem idealen Abdichtungs- und Korrosionsmittel. Gegenüber organischen Stoffen bzw. Lösemitteln wie Schwefelkohlenstoff, Benzol u. a. ist es bis zu einer gewissen Konzentration beständig. Zum Beispiel ist Bitumen gegen eine 35%ige Schwefelsäure resistent, während eine 95%ige Schwefelsäure das Bitumen löst. Gegenüber Ölen und Kraftstoffen (Benzin, Diesel), die auch aus einer Basis an Kohlenwasserstoffen bestehen, ist Bitumen nicht beständig (HUTSCHENREUTHER und WÖRNER, 1998). Die Unbeständigkeit gegenüber Kraftstoffen hat vor allem in Hinblick auf den Straßenbau negative Konsequenzen, da auslaufendes Benzin oder Diesel in die Asphaltsschicht eindringen kann. Dabei vermischt sich der Kraftstoff mit den Maltenen des Bitumens und wird in die kolloidale Struktur des Bitumens eingebaut und führt zu einer Zersetzung der Asphaltoberfläche (RAHIMIAN und ZENKE, 1986).

2.1.1 Notwendigkeit der Lösung von Bitumen

Bitumen findet seine überwiegende Verwendung im Straßenbau. Dort bildet es als Bindemittel für die Gesteinskörnung und gegebenenfalls weiteren Zusätzen den Straßenbaustoff Asphalt. Zur Quali-

tätssicherung wird der Asphalt wieder in seine Einzelkomponenten aufgetrennt. Dies erfolgt durch die Extraktion des Bitumens aus dem Asphaltmischgut im Rahmen von Eignungs-/Erstprüfungen, Eigenüberwachungsprüfungen und Kontrollprüfungen. Die Kontrollprüfungen werden bereits vor der Produktion, während der Produktion im Bereich der WPK (Werkseigene Produktionskontrolle) und beim Einbau des Asphaltmischgutes durchgeführt. Sie machen ein Lösen des Bitumens aus dem Asphalt notwendig und beinhalten unter anderem die Korngrößenverteilung, die Berechnung des Bindemittelgehalts und die Bestimmung von Viskositätsmerkmalen des zurückgewonnenen Bitumens.

Eine weitere Notwendigkeit des Lösens des Bitumens und der Trennung mineralischer Bestandteile aus dem Asphalt ergibt sich bei Schiedsuntersuchungen. Diese werden von einer anerkannten Prüfstelle durchgeführt, wenn es begründete Zweifel des Auftraggebers oder Auftragnehmers bezüglich der Kontrollprüfungen des Asphalts gibt (TÄUBE, 2013).

Das Trennen des Bitumens von den restlichen Bestandteilen des Asphaltens dient auch zur Analyse von eingebautem Asphalt über längere Zeiträume. Dabei wird geprüft, ob sich die Asphaltmischgutzusammensetzung und die Eigenschaften des enthaltenen Bindemittels im Laufe der Zeit geändert haben (TÄUBE, 2013). Dies hat vor allem im Hinblick auf die Wiederverwendung und die Forschung einen hohen Stellenwert, da in den letzten Jahrzehnten die Forderung nach Recycling des Asphalts immer größer geworden ist. Die natürlichen Ressourcen wie Erdöl und Gesteinsvorkommen sollen geschützt werden und der „alte“ Asphalt möglichst unversehrt und lange nutzbar sein (asphalt.de).

Neben der Notwendigkeit des Lösens von Bitumen bei der Bindemittelextraktion dient es auch zur Bestimmung der Anteile der Asphaltene und Maltenen im Bitumen und zur genaueren Unterteilung in schwer-, mittel- und leichtlösliche Asphaltene. Durch n-Heptan lässt sich dabei das Bitumen in die Bestandteile Asphaltene und Maltene aufteilen. Die weitere Differenzierung der Anteil des Bitumens geschieht durch Lösemittelgemische (siehe Bild 1). Beschrieben ist diese Untersuchungsmethode in der DIN 51595 (HIRSCH und MAYERL-RAMPP, 2014).

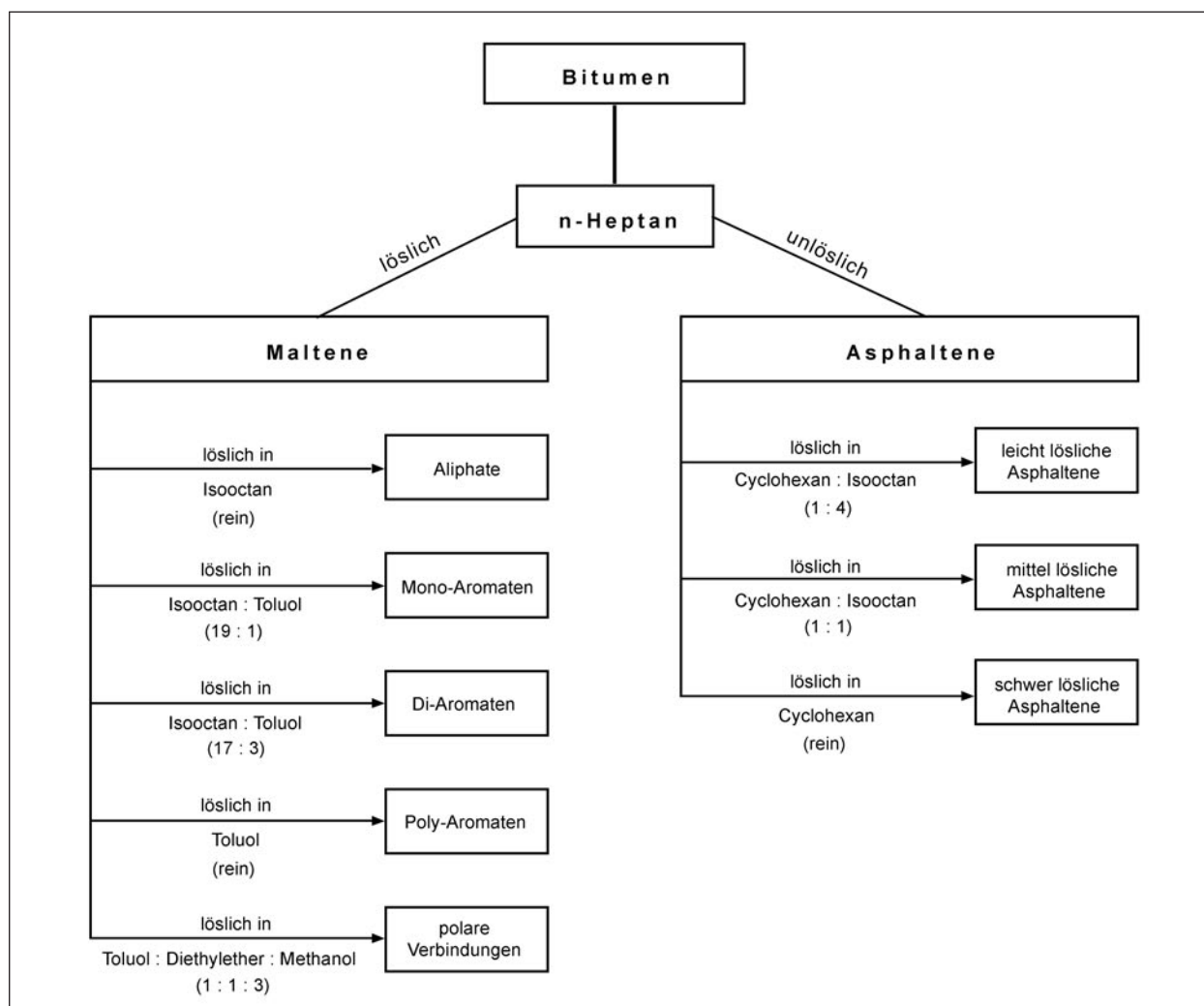


Bild 1: Chemische Trennung des Bitumens (GEHRKE et al., 2014)

2.1.2 Grundstruktur von Bitumen-Lösemitteln

Lösemittel werden vor allem zur physikalischen Trennung von Bitumen aus einer Asphaltmischgutprobe verwendet. Für diesen Prozess mögliche Lösemittel sind in der EN 12697-1 angegeben. Zu ihnen gehören folgende aromatische bzw. chlorierte Kohlenwasserstoffe: Toluol, Trichlorethylen, Dichlormethan, 1.1.1-Trichlorethan, Xylol, Benzol und Tetrachlorethylen. Für die Extraktion des Bitumens sind in Deutschland nach den Technischen Prüfvorschriften für Asphalt nur die Lösemittel Trichlorethylen (auch Tri genannt) und Toluol zugelassen (FGSV, 2013).

Neben diesen Lösemitteln gibt es eine Reihe weiterer organischer Lösemittel, die Bitumen lösen. RAHIMIAN und ZENKE haben 1986 Versuche zum Verhalten organischer Lösemittel gegenüber Bitumen durchgeführt. Sie untersuchten inwieweit organisch-chemische Flüssigkeiten, die z. B. durch

Unfälle auf der Autobahn austreten, zu Schäden im Asphalt führen. Sie kamen zu folgenden Ergebnissen:

Generell bestehen alle organischen Lösemittel aus einem Grundgerüst untereinander verbundener Kohlenstoffatome, die nach außen hin mit Wasserstoffatomen besetzt sind. Dieses Gerüst führt in seiner einfachsten Form zu $-CH_2$ -Ketten, die als n-Alkane auftreten, wie n-Hexan oder n-Heptan.

Die Löslichkeit kann erhöht werden, indem man Stoffe verwendet, die durch Ringschlüsse der $-CH_2$ -Ketten zu Cyclo-Alkanen wie Cyclohexan werden. Führt man zusätzlich noch eine Doppelbindung in das Ringsystem ein, erhält man Naphthenaromate wie Tetrahydronaphthalin (auch Tetralin genannt) und schließlich aromatische Ringsysteme, die ein hohes Lösungsvermögen des Bitumens zeigen.

Das Löseverhalten gegenüber Bitumen wird durch Einführung von Halogen-, Sauerstoff- oder Stickstoffmolekülen in das Kohlenwasserstoffgerüst weiter verändert. Allgemein kann man hierbei sagen, dass halogenierte Kohlenwasserstoffe die Lösbarkeit verstärken, wohingegen weitere Sauerstoffmoleküle, in Form von alkoholischen, sowie sauren carboxylischen Gruppierungen (-OH bzw. -COOH) das Lösevermögen gegenüber Bitumen verringern. Eine Einführung von Stickstoffmolekülen, wie Nitro- oder Nitril-Gruppen (-NO₂ bzw. -C≡N), sorgen ebenfalls für eine Reduzierung des Lösevermögens. Diese Ergebnisse erhielten RAHIMIAN und ZENKE durch Farbintensitäts-Vergleiche der erhaltenen Lösungen gegenüber konzentrationsgestuften Vergleichslösungen in dem starken Löser Benzol unter verschiedenen Zeit- und Temperaturbedingungen. Die verwendeten Lösemittel wurden nach ihrer Bitumenlöslichkeit in vier Gruppen eingeteilt:

- Gruppe A enthält chemische Stoffe, bei denen innerhalb einer Stunde eine vollständige Auflösung des Bindemittels stattgefunden hat. Dazu gehören Benzin, aromaten- und halogenhaltige Lösemittel, Naphthenaromate und Derivate des Cyclohexans.
- Gruppe B enthält chemische Stoffe, bei denen nach einer Woche Lösungen von etwa 1%iger Konzentration entstanden sind. Hierzu gehören Stoffe mit O-Funktionen neben größeren Kohlenwasserstoffmolekülen, wie zum Beispiel Cyclohexan oder n-Butylacetat.
- Gruppe C1 enthält dagegen Lösemittel, bei denen eine kurze Einwirkzeit nur sehr geringe Löseeffekte gebracht hat und bei einer längeren Einwirkzeit nur Konzentrationen bis 0,1 % erhalten wurden. Zu ihnen gehören die ein- und mehrwertigen Alkohole, Ester, Ketone, sowie viele stickstoffhaltige Lösemittel.
- Gruppe C2 umfasst Lösemittel, die bezogen auf Bitumen bei kürzerer, aber auch bei längerer Einwirkzeit keine wirklichen Löseeffekte gezeigt haben. Dies sind Verbindungen mit stärker polaren O-Funktionen, die nur geringe Molmassen aufweisen, wie zum Beispiel Glycerin und Formamid.

Physikochemische Lösekriterien

Sind mehrere funktionelle Gruppen an einem Kohlenstoffatom eines Lösemittels, kann keine sichere Aussage bezüglich der Löslichkeit von Bitumen

gemacht werden, denn die „Überlagerung solcher chemischer Verschiebungseffekte“ (RAHIMIAN und ZENKE, 1986) lassen dies nicht zu. Daher haben RAHIMIAN und ZENKE im Rahmen ihrer Versuche zur Löslichkeit von organischen Lösemitteln gegenüber Bitumen versucht, physikochemische Lösekriterien zu finden, die mit dem Löslichkeitsverhalten übereinstimmen und leicht beschaffbar sind. Diese physikochemischen Lösekriterien sind Stoffdaten, die die Anziehungskräfte zwischen den Molekülen des Lösemittels und des Bitumens darstellen, da die Anziehungskräfte zwischen den beiden Stoffen mindestens genauso groß sein müssen, wie die anziehenden Kräfte zwischen den Molekülen der einzelnen Stoffe.

Zu diesen Kriterien gehört die Verdampfungsenthalpie. Sie gibt die Energie an, die benötigt wird, um eine gegebene Menge Flüssigkeit bei gegebener Temperatur zu verdampfen (chemgapedia.de). Die Verdampfungsenthalpie-Werte sind für viele Lösemittel jedoch nicht in der Literatur zu finden. Daher kann als Vergleich der eindimensionale Hildebrand'sche Löslichkeitsparameter verwendet werden, denn dieser beruht ebenfalls auf der Verdampfungswärme e.

Diese Trennenergie bestimmt auch indirekt das Temperaturniveau des Siedepunktes eines Lösemittels, wobei jedoch auch die Masse der Moleküle zu beachten ist. Dementsprechend „sollte für Lösemittel unterschiedlicher Molekülmassen das Verhältnis ihres Siedepunktes zum Siedepunkt von „neutralen“ Molekülen vergleichbarer Masse ein Kriterium für die abweichende Größe der wirksamen Zwischenkräfte sein“ (RAHIMIAN und ZENKE, 1986). Als Referenz kann zum Beispiel die homologe Reihe der n-Alkane dienen, denn die Diskrepanz des effektiven Siedepunktes eines Lösemittels zum fiktiven Siedepunkt eines n-Alkans ähnlicher Molmasse stellt einen Anhaltspunkt für die zwischenmolekularen Anziehungskräfte innerhalb eines Lösemittels dar. Voraussetzung sind größere Anziehungskräfte als die normalen, in n-Alkanen wirkenden (RAHIMIAN und ZENKE, 1986).

Ein weiteres Kriterium ist die Oberflächenspannung eines Stoffes, denn diese Größe wird ebenfalls durch die zwischenmolekularen Anziehungskräfte bestimmt (RAHIMIAN und ZENKE, 1986).

Bezüglich der drei Lösekriterien Siedepunkt Abstand zum molmassengleichen n-Alkan, Oberflächenspannung und Hildebrand'scher Löslichkeitsparameter haben RAHIMIAN und ZENKE Korrelations-

versuche durchgeführt, um Bereiche für Löser und Nicht-Löser der Lösemittel festzulegen.

Sie kamen zu dem Ergebnis, dass Nicht-Löser bzw. schwache Löser folgende Werte überschreiten:

- Oberflächenspannungen über 45 mN/m,
- Siedepunktabstände zum n-Alkan über +108 K,
- Löslichkeitsparameter über 23 (MJ*m⁻³)^{0,5}.

Diese physikochemischen Lösekriterien sind Anhaltspunkte, die bei der Beurteilung eines Lösemittels bezüglich seiner Löslichkeit von Bitumen genutzt werden können.

2.2 Forschungsaktivitäten zur Bitumenextraktion

Die Rückgewinnung des Bitumens aus Asphaltmischgut wird schon seit vielen Jahren durchgeführt und viele verschiedene Extraktionsansätze wurden hierzu getestet. Es soll dabei die Zusammensetzung der Untersuchungsprobe möglichst genau und einfach ermittelt werden und eine geringe Belastung für die Gesundheit des Laborpersonals und der Umwelt erfolgen. Zudem sollen die Eigenschaften des Bitumens durch die Extraktion nicht verändert werden und daran anknüpfend, bei der Extraktion nicht zu hohe Temperaturen und zu lange Einwirkzeiten herrschen (SCHMIDT, 1956).

In der Fachzeitschrift Bitumen (ARBIT, 1967) werden die damals neue DIN 1996 „Bitumen und Teer enthaltende Massen für Straßenbau und ähnliche Zwecke“ näher erläutert und in Blatt 6 Angaben zur „Bestimmung des Bindemittelgehaltes“ gemacht. Inhalt des Blattes sind die verschiedenen Verfahren zur Bestimmung des Gehaltes an löslichem und an unlöslichem Bitumen. Die Bestimmung des löslichen Anteils kann zum einen mithilfe einer Heißeextraktion, aber auch durch eine Kaltextraktion erfolgen (SCHMIDT, 1956).

Bei der Heißeextraktion befindet sich die Asphaltprobe in einer Filterhülse, die dafür sorgt, das Mineralgemisch zurückzuhalten. Das verwendete Lösemittel, entweder Tri oder Dichlormethan, wird dabei abwechselnd verdampft und wieder kondensiert. Hierbei löst das kondensierte Lösemittel das Bitumen aus der Asphaltprobe heraus und das Bindemittel reichert sich in der Lösung an (SCHMIDT, 1956). Die Heißeextraktion ist jedoch unzulässig bei

Schiedsuntersuchungen, da dann die Eigenschaften des Bitumens nach der Rückgewinnung bestimmt werden sollen.

Dagegen wird bei der Kaltextraktion das Bitumen mit kaltem bzw. leicht angewärmtem Lösemittel (meist Tri) gelöst. Das Mineralgemisch sedimentiert dabei durch Schütteln und kann dann aus der Lösung herausgewaschen werden (SCHMIDT, 1956). Die Rückgewinnung des Bindemittels erfolgt durch einen Rotationsverdampfer. Das Bitumen bleibt dabei im Verdampferkolben zurück (WÖRNER et al., 2002). Wenn am extrahierten Bitumen physikalische Eigenschaften bestimmt werden sollen, sollte das Bitumen nach SCHMIDT (1967) nur durch Benzol gelöst werden.

Anfang der 1990er Jahre entstanden erste Forderungen nach alternativen Verfahren oder Lösemitteln, da die verwendeten chlorierten oder aromatischen Kohlenwasserstoffe die Gesundheit gefährden (LÖCHERER und WÖRNER, 2000). Weitere Aspekte bei der Suche nach alternativen Lösemitteln sind das Umweltverhalten, das Löseverhalten, der Siedepunkt, der Flammpunkt, die Toxizität, sowie die Normierbarkeit des Lösemittels (PITTS, 1994).

Umweltfreundlich und emissionsarm ist nach PITTS (1994) ein Extraktionsprozess, bei dem ein Lösemittel das Bitumen löst und man in einem zweiten Schritt das Bitumen durch Wasser wiedergewinnt. Erste Versuche bestanden darin, das Bitumen in einer wässrigen Lösung vom Mineralgemisch zu emulgieren und es anschließend durch eine Elektrolyse zurückzugewinnen. Dieses Vorhaben war jedoch nicht erfolgreich (PITTS, 1994).

PITTS suchte ebenfalls nach alternativen Lösemitteln und Verfahren für die Extraktion von Bitumen aus Asphalt und kam aufgrund seiner Experimente zu folgendem Schluss:

„Um ein Bitumen physikalisch unverändert und zerstörungsfrei vom Mineral zu trennen, bleibt nach eigenen Erfahrungen nur der Weg der Heißeextraktion“ (PITTS, 1994). Aus diesem Grund unternahm PITTS Versuche, bei denen er die üblichen Lösemittel, wie Toluol und Trichlorethylen, durch ein entaromatisiertes Spezialbenzin ersetzte. Dieses Spezialbenzin hat einen Siedepunkt zwischen 102 °C und 118 °C und zeigt ein sehr gutes Löseverhalten bei Straßenbaubitumen, aber auch bei polymermodifizierten Bitumen. Ebenfalls werden die chemischen und physikalischen Eigenschaften

des Bitumens nach der Extraktion nicht verändert. Weitere positive Eigenschaften sind, dass es kostengünstig ist und die physikalischen Kenndaten, wie Siedepunkt und Flammpunkt, ähnlich dem des Toluols sind, aber es umweltfreundlicher und weniger gesundheitsgefährdend (PITTS, 1994). Forschungsaktivitäten, die diesen Ansatz weiterverfolgen konnten nicht gefunden werden.

Ebenfalls im Jahr 1994 wurde von GRAF und RENKEN ein Bericht über die Möglichkeiten der Einsparung und Vermeidung von Lösemitteln im Asphaltlabor veröffentlicht. Sie kamen zu dem Ergebnis, dass eine Verringerung des Lösemittelverbrauchs durch eine Verbesserung der Arbeitsabläufe im Labor erfolgen kann. Diese Optimierung ist möglich, indem man zum einen die Verluste beim Abfüllen und Lagern von Lösemitteln durch eine Installation von Versorgungsleitungen verringert und zum anderen alle Arbeiten mit Lösemitteln unter einem Abzug durchführt. Weiterer Inhalt waren die Prüfmethoden des Asphalts (Bestimmung des Wassergehaltes, Bestimmung des Bindemittelgehaltes), bei denen ebenfalls Lösemittel zum Einsatz kommen. Bei der Bestimmung des Wassergehaltes einer Probe konnten noch keine Erkenntnisse erzielt werden. Es wurde aber die Empfehlung gegeben hierzu einen Wärmeschrank oder einen Mikrowellenofen zu verwenden.

Bei der Bestimmung des Bindemittelgehaltes wurden mehrere Verfahren diskutiert und erprobt. Dazu gehören ein radiometrisches Verfahren, welches zur Eigenüberwachung an Mischanlagen geeignet ist, sowie die Thermoanalyse, bei dem jedoch das Bitumen verbrannt wird und somit keine Rückgewinnung stattfindet. Des Weiteren wird die Heißextraktion nach PITTS erwähnt, sowie eine Supercritical Fluid Extraction (SPE), die bereits für die Extraktion von polycyclischen aromatisierten Kohlenwasserstoffen (PAK) aus kontaminierten Böden verwendet wurde, jedoch in Bezug auf die Extraktion von Bitumen aus dem Asphalt noch nicht erprobt wurde. Außerdem gab es erste Gedanken bezüglich einer automatischen Extraktionsanlage, bei der die Lösemittelverluste sehr gering gehalten werden (GRAF und RENKEN, 1994).

Im Jahr 1996 wurden weitere Gründe geliefert die Suche nach alternativen Lösemitteln zu verstärken. Das häufig verwendete Lösemittel Tri wurde als krebserzeugender Stoff eingestuft. Der Arbeitsausschuss für Gefahrstoffe (AGS) gab den Hinweis, dass Tri vermieden werden sollte und Dichlormet-

han als Substituent nicht geeignet erscheint. Er riet zu Toluol, welches jedoch den Nachteil hat, dass es einen geringen Flammpunkt hat und die Labore somit einen Explosionsschutz benötigen. Ebenfalls wurde Xylol empfohlen, welches zwar auch einen Explosionsschutz benötigt, aber weniger gefährlich ist. Nachteil bei diesem Lösemittel ist der hohe Siedepunkt, der es erschwert, das Lösemittel bei der Destillation vom Bitumen zu entfernen (GLET und WÖRNER, 1997).

Im Jahr 2000 wurde vom Bundesministerium für Verkehr, Bau- und Wohnungswesen und von der Forschungsgesellschaft für Straßen- und Verkehrswesen e. V. eine Forschungsarbeit veröffentlicht (LÖCHERER und WÖRNER, 2000), die sich mit der Reduzierung des Lösemittelverbrauchs bei der Prüfung von Asphalt im Laboratorium beschäftigte. Dabei ging es ebenfalls um die Möglichkeit einer Substitution der Lösemittel oder zumindest einer Reduzierung des Lösemittelverbrauchs. Ein weiteres Ziel des Forschungsvorhabens war es, zu überprüfen, ob das in der europäischen Norm für die Extraktion vorgesehene Dichlormethan wirklich geeignet ist, wenn die Eigenschaften am zurückgewonnenen Bitumen bestimmt werden sollen. Ebenfalls wurden Eignungsprüfungen bezüglich der alternativen Bestimmung der Rohdichte von Asphalt und der Bestimmung des Wassergehaltes mit geringerem Lösemittelverbrauch und ohne Lösemittel durchgeführt. Dies war bereits Gegenstand des Berichtes von GRAF und RENKEN, aber war zum damaligen Zeitpunkt noch nicht getestet worden (LÖCHERER und WÖRNER, 2000).

Das Ergebnis des Forschungsvorhabens war, dass die Prüfung Bestimmung der Rohdichte von Asphalt auch mit Wasser durchgeführt werden kann und die Bestimmung des Wassergehaltes auch mithilfe einer Wärmekammer geschehen kann (LÖCHERER und WÖRNER, 2000). Bezüglich der Verwendung von Dichlormethan bei der Rückgewinnung des Bitumens anstelle von Tri oder Toluol, kamen WÖRNER und LÖCHERER zu der Erkenntnis, dass es als Substituent eher ungeeignet ist. Es besitzt einen fünfmal höheren Dampfdruck als Toluol und somit wird eine größere Menge an Lösemittelverlusten auftreten, die das Laborpersonal gefährdet. Bezogen auf alle in der deutschen Norm (DIN 1996) möglichen Lösemittel (Trichlorethylen, Dichlormethan, Toluol und Xylol) wurde als Ergebnis die Erkenntnis von GRAF und RENKEN aufgenommen, die postulierten, dass eine Verringerung des Lösemittelverbrauchs durch

eine Verbesserung der Arbeitsabläufe im Labor geschehen kann. In den Jahren zwischen den Veröffentlichungen von 1994 und 2000 wurden bereits erste automatische Extraktionsanlagen entwickelt. Diese arbeiten in einem geschlossenen System, sodass die Lösemittelverluste sehr gering sind (0,05 L pro Extraktion) (LÖCHERER und WÖRNER, 2000).

Im Jahr 2002 wurde ein Forschungsprojekt des Bundesministeriums für Verkehr, Bau- und Wohnungswesen veröffentlicht, bei dem zwei entwickelte automatische Extraktionsanlagen auf ihre generelle Eignung geprüft wurden. Sie wurden bereits 1994 (GRAF und RENKEN) und 2000 (LÖCHERER und WÖRNER) erwähnt, jedoch zum damaligen Zeitpunkt noch nicht gebaut bzw. getestet. Diese Anlagen „Asphaltanalysator“ und „Asphaltextraktor“ wurden von zwei Herstellern vertrieben (WÖRNER et al., 2002).

2002 befanden sich mittlerweile über 100 dieser Anlagen in Asphaltlaboren in Europa. Sie können zur Bestimmung des Bindemittelgehaltes und der Korngrößenverteilung eingesetzt werden. Ein weiterer Vorteil dieser Anlagen ist, dass nicht nur das Bitumen zurückgewonnen werden kann, sondern auch das Lösemittel. Die beiden Anlagen unterscheiden sich in ihrem Aufbau. Beim Asphaltanalysator wird die Asphaltprobe in eine Waschtrommel gegeben, beim Asphaltextraktor in einen Siebturm. Als Lösemittel werden Trichlorethylen und Toluol verwendet. Toluol ist mittlerweile nur noch für Schiedsuntersuchungen zugelassen und Dichlormethan konnte sich in Deutschland aufgrund der bereits genannten Gründe nicht durchsetzen.

Im Rahmen des Forschungsauftrages wurden die beiden Extraktionsanlagen mit der Extraktion nach DIN 1996-6 verglichen. Der Vergleich ergab, dass sich die Bindemittelgehalte, Splittanteile, Grobsplittanteile, Erweichungspunkt Ring und Kugel und Nadelpenetration nicht signifikant unterscheiden (WÖRNER et al., 2002). Die Verluste der Lösemittel lagen beim Asphaltanalysator im Mittel bei 105,3 g bzw. 71,9 ml und beim Asphaltextraktor im Mittel bei 355,6 g bzw. 242,7 ml. Im Vergleich dazu liegt der Lösemittelverlust bei der Extraktion nach DIN 1996-6 bei 700 ml pro Extraktion. Somit wurde eine deutliche Reduzierung des Lösemittelverbrauchs erreicht (WÖRNER et al., 2002). Im Zuge dessen wurde auch die DIN 12592 zur Bestimmung der Löslichkeit eingeführt, die die DIN 1996-6 ersetzt (SCHLAME und VIENENKÖTTER, 2000).

Das in Deutschland fast ausschließlich verwendete Tri kann somit, trotz der Durchführung mit Extraktionsgeräten, in die Umwelt entweichen. Aufgrund der gesundheits- und umweltschädlichen Wirkung des Lösemittels wurde es daher im April 2013 in den Anhang XIV der REACH-Verordnung aufgenommen. Dies führt dazu, dass es nach Ablauf einer 36-monatigen Übergangsfrist nicht mehr verwendet werden darf. Nur mit einer gesonderten Zulassung durch die europäische Kommission kann Tri auch noch nach April 2016 in Laboratorien eingesetzt werden (TÄUBE, 2013). Dieser Antrag auf Verlängerung der Frist wurde bereits gestellt, da noch zahlreiche Untersuchungen notwendig sind, um den geeigneten Substituenten zu finden. Toluol, welches noch als Lösemittel für Schiedsuntersuchungen genutzt wird, kann jedoch nicht als Substituent verwendet werden, da es auch gesundheitsschädlich und leicht entzündlich ist (HINRICHS, 2013).

Im Auftrag des Deutschen Asphaltinstitutes (DAI) e. V. wurde daher die Entwicklung eines Verfahrens zur Bindemittelrückgewinnung nach Asphaltextraktion mit alternativen Lösemitteln aus nachwachsenden Rohstoffen als Forschungsauftrag ausgegeben. Es wurden 15 verschiedene Pflanzenölester, verschiedene Biodieselsorten und andere alternative Lösemittel, sowie Reinigungsmittel auf ihr Lösevermögen auf Bitumen getestet. Die Vorteile der Pflanzenölester bestehen unter anderem darin, dass sie leicht biologisch abbaubar, nicht kennzeichnungspflichtig nach GefStoffV und Chemikaliengesetz und praktisch ungiftig sind (WEINGART, 2013).

Das Lösevermögen wurde anhand eines Versuches getestet, bei dem mehrere kleine Stahlplatten mit 0,4 g Bitumen beschichtet wurden und je 25 ml Lösemittel 15 Minuten einwirkten. Das Ergebnis dieser Untersuchungen war, dass die Biodieselsorten kein gutes Lösevermögen zeigten, aber dafür die alternativen Lösemittel, wie Buttersäureethylester und Essigsäurebutylester. Der Nachteil dieser Stoffe ist jedoch, dass sie leicht entzündlich sind (WEINGART, 2013). Mit einem Lösevermögen von 99,8 % nach 15 Minuten Einwirkzeit kristallisierte sich das Pflanzenölester Caprylsäuremethylester (auch Octansäuremethylester) als bestes Lösemittel heraus. Dies ist ein Carbonsäureester mit der Summenformel $C_9H_{18}O_2$, der wenig flüchtig ist, einen hohen Flammpunkt besitzt und von dem keine Gesundheitsgefährdung ausgeht (WEINGART, 2013).

Nachdem erwiesen war, dass Caprylsäuremethylester ein gutes Lösevermögen zeigt, wurden hiermit weitere Versuche durchgeführt. Dazu gehörte zum einen die Rückgewinnung des Bitumens nach Extraktion durch Abdestillierung des Lösemittels und zum anderen einfache Bindemittelprüfungen am rückgewonnenem Bindemittel. Dies wurde anhand der Kennwerte Restlösemittelgehalt, Erweichungspunkt Ring und Kugel, Brechpunkt nach FRAAß und elastische Rückstellung überprüft und Vergleichsuntersuchungen mit Tri durchgeführt. Das Ergebnis war, dass Caprylsäuremethylester eine Alternative für das bisherige Tri darstellt, da die Abweichungen zwischen dem Ausgangsbitumen und dem rückgewonnenen Bitumen innerhalb der Toleranz lagen (WEINGART, 2013).

Die Verwendung von Lösemitteln bei der Rückgewinnung von Bitumen geht international, vor allem in den USA, bis in den Anfang des 19. Jahrhunderts zurück. Damals wurden Benzine zur Lösung von Bitumen verwendet, bis man sie in den 1930er Jahren durch chlorierte Kohlenwasserstoffe ersetzte. Zunächst wurde in den USA Tetrachlorethan genutzt, bis es 1940 aufgrund seiner gesundheitsgefährdenden Eigenschaften (u. a. erhöhtes Krebsrisiko) abgeschafft wurde. Der Ersatz für Tetrachlorethan war Chloroform (CH_2Cl_2). Nachdem für diesen Stoff ebenfalls gesundheitsschädigende Auswirkungen bekannt wurden, ersetzte Trichlorethylen Chloroform in den 1950er Jahren. 10 Jahre später wurde wiederum ein Substituent für Tri gesucht und in 1.1.1-Trichlorethan gefunden, da man bei Tri erkannte, dass es eine gesundheitsgefährdende Wirkung hat. 1.1.1-Trichlorethan führt jedoch zu einem Abbau der Ozonschicht und im Zuge des Montreal Protokolls wurden Anfang der 1990er Jahre Stoffe verboten, die für einen Ozonabbau sorgen (DURKEE, 2013). Daraufhin begann man wieder mit Tri in den Asphaltlaboratorien zu arbeiten. 1994 fand man jedoch ein biologisch abbaubares Lösemittel, welches auf Limonen basiert (McGRAW et al., 2001). Es ist ein Naturstoff aus der Gruppe der Terpene und man findet es zum Beispiel in Zitronenöl und in Orangenöl (umweltanalytik.com). Das Office of Environmental Services/Environmental Compliance and Investigation Unit, entspricht der Institution Gesundheitsamt in Deutschland, beantragte jedoch, dass ein Substituent für Limonen gefunden werden muss, da es gefährliche Abfälle produziert. Dies hätte eine Kostenzunahme zur Folge, da die Entsorgung des Abfalls schwieriger ist und zusätzliche Regulierungsanforderungen entstehen (McGRAW et al., 2001). Außerdem ist die

Extraktion mit diesem Stoff ein zeitaufwendiger Prozess, da die extrahierte Gesteinskörnung noch mit Wasser und Tensiden behandelt werden muss, um Öl-Rückstände zu entfernen. Daher behielt man Tri als Lösemittel in den Asphaltlaboratorien. Da dies jedoch auch nur einen Kompromiss darstellte, begann man alternative Lösemittel zu den chlorierten Kohlenwasserstoffen zu suchen. Nach diversen Diskussionen und Extraktionsversuchen im Labor wurde das bromierte Kohlenwasserstoff n-Propylbromid ($\text{C}_3\text{H}_7\text{Br}$) empfohlen (McGRAW et al., 2001). Auch aus Kostengründen ist eine Substitution des Trichlorethylens durch n-Propylbromid sinnvoll, da der Preis für Trichlorethylen bei ca. 300 U.S. Dollar für 200 L liegt. Zustande kommt dies durch die Umweltauflagen des Clean Air Act of 1990 und der VOC (Volatile Organic Compounds) (McGRAW et al., 2001). Untersuchungen ergaben zudem, dass die Eigenschaften des Bindemittels durch die Extraktion mit n-Propylbromid nicht verändert werden. Der Zeitaufwand der Extraktion ist geringer als bei einer Extraktion mit Trichlorethylen (McGRAW et al., 2001).

N-Propylbromid wird heutzutage in den USA immer noch verwendet und der Umgang ist in der ASTM D7553 geregelt (astm.org).

Die Verwendung der Prüf- und Analyseverfahren von ASTM kann, außer im öffentlich geförderten Bereich der USA, freiwillig geschehen (astm.org). Für die Bestimmung der Löslichkeit von Bitumen existieren drei weitere standardisierte Verfahren. Die ASTM D2042 (Verwendung von Trichlorethylen zur Bestimmung der Löslichkeit von Bitumen), die ASTM D5546 (Verwendung von Toluol als Lösemittel), welches vor allem für polymermodifizierte Bitumen genutzt werden soll sowie die ASTM D 2172 (Methoden zur Extraktion) (astm.org).

In den USA wird ebenfalls mit Trichlorethylen und Toluol gearbeitet, jedoch auch mit einem bromierten Kohlenwasserstoff. Dieses n-Propylbromid findet in Deutschland jedoch keine Verwendung. Die Gründe dafür, dass in Deutschland halogenierte Kohlenwasserstoffe verwendet werden, liegen laut DURKEE darin, dass die Toxizität und Gesundheitsgefährdung dieser Stoffe bekannt ist und man sich über die Gefahren beim Umgang mit diesen bewusst ist. N-Propylbromid wird erst seit 2000 als Lösemittel in den USA verwendet und die Erfahrungen bezüglich gesundheitlicher Auswirkungen beim Umgang mit diesem Stoff sind nicht ausreichend vorhanden (DURKEE, 2013).

2.3 Lösemittleigenschaften von OME und Handhabung im Labor

Octansäuremethylester (OME) ist ein organischer Ester, riecht (wie viele andere organische Ester) intensiv und ist schon in Spuren zu riechen. Sein Geruch erinnert an Kokos, weshalb er umgangssprachlich auch als Kokosester bezeichnet wird.

OME besitzt gemäß Sicherheitsdatenblättern eine letale Dosis 50 oral Ratte (MERCK, ROTH) von mehr als 2.000 mg/kg Körpergewicht und ist damit gemäß Gefahrstoffverordnung weder als gesundheitsschädlich, noch als giftig oder sehr giftig einzustufen. 2.000 mg/kg Körpergewicht entsprechen 2 g/kg Körpergewicht und damit einer Menge von mindestens 114 ml Flüssigkeit, die von einer 50 kg schweren Person aufgenommen, d. h. getrunken werden müsste, um eine tödliche Dosis zu erreichen. Dies ist nicht irrtümlich möglich. Gleichzeitig ist auch die Aufnahme über die Haut oder durch Einatmen einer solchen Menge pro Tag äußerst unwahrscheinlich. Analog zu anderen Carbonsäureestern ist auch nicht mit einer krebserzeugenden, erbgutverändernden oder fruchtschädigenden Wirkung zu rechnen. Eine Kennzeichnung, die auf gesundheitsschädliche Eigenschaften hinweist, ist deshalb nicht notwendig. OME hat jedoch eine reizende Wirkung auf die Haut und die Augen. Haut- und Augenkontakt sind deshalb durch geeignete Schutzmaßnahmen (Handschuhe, Schutzbrille, Laborkittel) zu vermeiden.

Im Gegensatz zum leichtflüchtigen Trichlorethylen hat OME einen um rund 100 K höheren Siedepunkt von 194 °C. Der Flammpunkt beträgt ca. 70 °C (vergleichbar mit Diesel oder Heizöl), die Zündtemperatur ca. 245 °C. Bei Zimmertemperatur ist der Stoff nicht entflammbar, was im Sinne der Gefährdungsminimierung als positiv einzustufen ist. Der höhere Siedepunkt im Vergleich zum Trichlorethylen macht ein Arbeiten bei der Extraktion und Destillation bei höheren Temperaturen bzw. bei Unterdruck notwendig.

Es ist aus Sicherheitsgründen unumgänglich, Temperaturen unterhalb der Zündtemperatur zu verwenden. Um einen sicheren Temperaturabstand zur Zündtemperatur zu besitzen, sollte die Anwendungstemperatur auf maximal 200 °C begrenzt werden. Das bedeutet, dass OME teilweise nur unter Unterdruck in den Versuchsapparaturen verwendet werden kann. Ein bisher im Umgang mit Trichlorethylen verwendetes Arbeiten bei Normaldruck

scheidet bei Verwendung von OME weitestgehend aus, sodass alle Arbeiten in geschlossenen Systemen unter Unterdruck durchgeführt werden müssen. Das erhöht zum einen den experimentellen Aufbau und eine Gefährdung durch Implosion deutlich, verringert aber andererseits die Emissionen, da entstehende Dämpfe aus OME abgesaugt und bei Atmosphärendruck kondensiert bzw. in die Abluft abgeleitet werden können.

Tabelle 1 zeigt einige charakteristische Eigenschaften der Lösemittel Octansäuremethylester (OME) und Trichlorethylen.

Eine Gesundheitsgefährdung durch in den Körper aufgenommenes OME könnte aus der Hydrolyse des Esters entstehen. Dabei wird der Ester in Octansäure und Methanol zersetzt. Während Octansäure ein normales Stoffwechselprodukt beim Abbau von Fetten ist, kann das Methanol gefährlich werden (nach der Gefahrstoffverordnung als giftig eingestuft). Es ist sehr unwahrscheinlich, dass bei den üblichen Laborarbeiten OME in einer gefährlichen Menge in den Körper aufgenommen werden kann, sodass auch eine Gefährdung durch Methanol als sehr unwahrscheinlich anzunehmen ist.

Als sehr störend wird der intensive Geruch des OMEs empfunden. Menschen empfinden Gerüche unterschiedlich stark mit unterschiedlichen Auswirkungen auf ihr Empfinden. Während üble Gerüche (z. B. nach Stallmist) von den meisten Menschen zwar als Gestank bezeichnet werden, gewöhnt sich die Nase jedoch schnell daran; zu erheblichen gesundheitlichen Auswirkungen kommt es durch diesen Naturstoff aber in aller Regel nicht. Hingegen ist bekannt, dass gerade sehr geruchsintensive Stoffe, wie sie häufig in Parfüms verwendet werden, schnell als unangenehm empfunden werden können. Gerade in diesem Geruchsumfeld kommt es besonders oft und schnell zu gesundheitlichen Beschwerden und Empfindlichkeiten. Parfüms enthalten häufig Carbonsäureester als Duftstoffe, zu denen auch OME gehört. Der regelmäßige Umgang mit diesem Stoff kann schon in niedrigen Konzentrationen in der Atemluft deshalb zu gesundheitlichen Beeinträchtigungen führen, die toxikologisch nicht zu begründen sind.

Da OME einen vergleichsweise hohen Siedepunkt hat (siehe oben) und deshalb nicht leicht flüchtig ist, kommt es im Lauf der Zeit dazu, dass es aufgrund von kondensierten Dämpfen oder Spritzern dieses Stoffes an Labormöbeln, Wänden, Laborgeräten

Eigenschaften	Octansäuremethylester (OME)	Trichlorethylen (Tri)
Mögliche Gefahren	Hautreizend; mäßige Augenreizung; Einatmen der Dämpfe kann Reizungen der Atemwege zur Folge haben; Verschlucken kann den Verdauungstrakt reizen.	Gesundheitsgefahr; kann vermutlich genetische Defekte verursachen; kann Krebs erzeugen, verursacht Hautreizungen; verursacht schwere Augenreizung; kann Schläfrigkeit und Benommenheit Verursachen; schädlich für Wasserorganismen mit langfristiger Wirkung.
Besondere vom Stoff ausgehende Gefahren	Im Brandfall Entstehung von gefährlichen Brandgasen und Dämpfen möglich; bei thermischem Zerfall oder Verbrennen können Kohlenoxide sowie andere giftige Gase und Dämpfe freigesetzt werden.	Im Brandfall Entstehung gefährlicher Brandgase und Dämpfe möglich; bei einem Brand kann freigesetzt werden: Chlorwasserstoff, Chlor, Phosgen.
CAS-Nr.	111-11-5	79-01-6
Form	flüssig	flüssig
Farbe	farblos; gelblich	farblos
Geruch	esterartig; muffig; fruchtig	süßlich
Schmelzpunkt/-bereich [°C]	-37 bis -40	-86,4
Siedepunkt/-bereich [°C]	193-194	87
Flammpunkt [°C]	68 bis 73,9	nicht anwendbar
Zündtemperatur [°C]	245	410
Explosionsgefahr	kann bei Erwärmung explosionsfähige Gemische mit Luft bilden	nicht explosionsgefährlich
Explosionsbereich [Vol %]	nicht bestimmt	7,9-90
Dampfdruck [hPa]	1,33 @ 34 °C	72,3 bis 77 @ 20 °C
Dichte bei 20 °C [g/m ³]	0,88	1,46
Löslichkeit in/Mischbarkeit mit Wasser bei 20 °C [g/l]	0,064;	
unerheblich, unlöslich	1	
Chemische Familie	Carbonsäureester	-
Summenformel	C ₉ H ₁₈ O ₂	C ₂ HCl ₃
Molekulargewicht [g/mol]	158,27	131,366
Löslichkeit in anderen Flüssigkeiten	gute Löslichkeit in Alkohol und Äther	-

Tab. 1: Eigenschaften von Octansäuremethylester (ROTH, 2011; P&G Chemicals, 2011; UPS, 2009; Gestis, 2014) und Trichlorethylen (ROTH, 2011; PanReac AppliChem, 2014) gemäß Sicherheitsdatenblättern

usw. und auch der Kleidung überall nach dem Stoff riecht, was dann als unangenehm empfunden wird. So kann es zu gesundheitlichen, wohl überwiegend psychosomatisch bedingten Beeinträchtigungen kommen. Um die Emissionen in die Raumluft möglichst niedrig zu halten, sollten alle Tätigkeiten mit Geräten und Materialien, die OME enthalten, grundsätzlich im Abzug erfolgen.

Die Information über OME für den speziellen Anwendungsbereich der Bindemittel-Extraktion aus Asphaltmischgut ist begrenzt. Daher werden bis auf Weiteres – zusammenfassend aus den oben erwähnten Informationen – folgende Mindestanforderungen an den Arbeitsschutz im Asphaltlabor gestellt:

- Alle Abläufe/Geräte unter Verwendung von OME erfolgen im Laborabzug.
- Es sind stets Schutzbrille und Schutzkleidung (Laborkittel) zu tragen.
- Es ist eine Atemschutzmaske bei Verwendung von heißem Lösemittel zu tragen.
- Es sind Schutzhandschuhe aus Nitrilkautschuk zu tragen und häufig zu wechseln.
- Das Arbeiten mit OME erfolgt mit Explosionsschutz ausgerüsteten Geräten (Ofen, Zentrifuge).

Diese Arbeitsschutzmaßnahmen sind strikt einzuhalten, solange keine gesicherten Untersuchungsergebnisse vorliegen, die eine Reduzierung der Arbeitsschutzmaßnahmen rechtfertigen.

2.4 Bitumenlösevermögen von OME

Über das Vermögen, Bitumen zu lösen, gibt es zum Lösemittel OME nur unzureichende Informationen. Bei der Handhabung im Labor fällt sofort auf, dass OME Bitumen im Vergleich zu Tri erheblich geringer löst. Dieses unterschiedliche Lösevermögen wird durch einen einfachen Versuch veranschaulicht. Dazu wird eine Bitumenprobe (Straßenbaubitumen 50/70) mit einer Masse von 25 ± 1 g für eine Dauer von 20 Minuten in ein Lösemittelbad (400 ml) mit einer Temperatur von $26 \text{ }^\circ\text{C}$ getaucht. Der Masseverlust der Bitumenprobe durch den Ablösevorgang wird durch Rückwiegen bestimmt und als Verhältniswert in M.-% angegeben.

Dabei kann vergleichend das Lösevermögen verschiedener Chemikalien bestimmt werden. Neben Tri und Toluol sind die Lösemittel Dichlormethan, Xylol, Tetrachlorethylen und Benzol gemäß EN 12697-3 derzeit ebenfalls für die Extraktion von Bitumen aus Asphaltmischgut zulässig. Bild 2 zeigt die Ergebnisse der Löseversuche, gereiht vom besten zum schlechtesten Löser.

Es zeigt sich deutlich, dass sich unter den oben genannten Bedingungen das Lösevermögen von

OME als deutlich geringer darstellt als bei üblicherweise zur Extraktion angewendeten Lösemitteln. Während nach 20 Minuten über 80 % der Bitumenprobe in Trichlorethen gelöst ist, sind es in OME lediglich 20 %.

3 Vorgehensweise

In diesem Forschungsprojekt sind auftragsgemäß folgende Arbeitsschritte zur Bearbeitung vorgesehen:

- Verfahrensoptimierung der Heißextraktion mit OME als Lösemittel,
- Verfahrensoptimierung der automatischen Extraktion mit OME als Lösemittel,
- chemische Analysen an OME und Bitumen,
- Reihenuntersuchungen an Frischbindemittel (frisch), an Bindemittel nach Heißextraktion mit OME (OME_Heiß), nach automatischer Extraktion mit Tri (Tri_Automat) und nach automatischer Extraktion mit OME als Lösemittel (OME_Automat),
- Vergleichsuntersuchungen zur Überprüfung der Vergleichbarkeit der Ergebnisse.

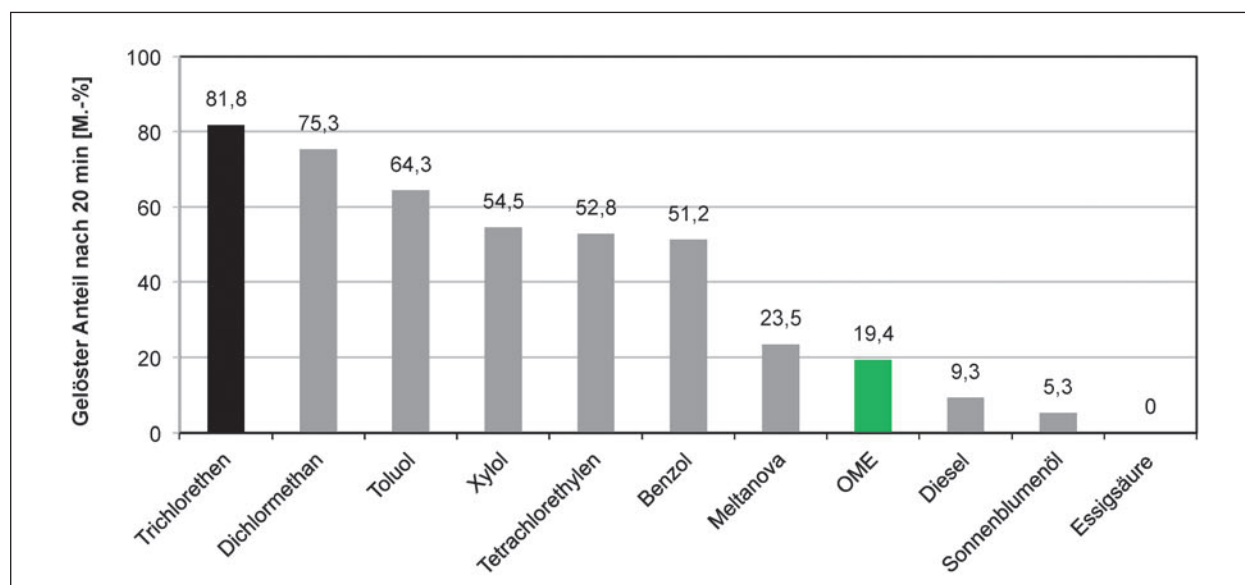


Bild 2: Bitumen-Lösevermögen verschiedener Lösemittel bei $26 \text{ }^\circ\text{C}$ im Vergleich

3.1 Verwendete Materialien und Baustoffkomponenten

Es kommen die Materialien gemäß Tabelle 2 zur Anwendung. Für die Optimierung der Extraktionsverfahren finden Asphalt-Mischgutvarianten der Asphaltmischgutsorte AC 11 D S mit Straßenbaubitumen 50/70 Anwendung (Varianten 1 bis 3). Die Herstellung des Asphaltmischguts für die Reihenuntersuchungen erfolgt (zum größten Teil) im großtechnischen Maßstab. Eine Asphaltmischgutvariante (Variante 4) ist gezielt im Labor zusammengesetzt und hergestellt. Von den Asphaltmischgutvarianten 4 bis 10 wird das (frische) Originalbindemittel ebenfalls beprobt (Probenentnahme bei Anlieferung). Keine der Asphaltmischgutvarianten beinhaltet Asphaltgranulat.

Es wird OME mit einem Reinheitsgrad von 99,5 % als Lösemittel verwendet.

3.2 Laborprüfungen

Die Analyse der Mischgutzusammensetzung erfolgt durch Heißextraktion mit OME und durch automatische Extraktion mit Tri bzw. OME als Lösemittel. Die Heißextraktion und die Extraktion mit OME als Lösemittel erfolgen nach dem in Kapitel 3.4.1 erläuterten Verfahren. Die automatische Extraktion mit Tri als Lösemittel erfolgt gemäß den Vorgaben der TP Asphalt-StB Teil 1 und Teil 3, die automatische Extraktion mit OME als Lösemittel gemäß Kapitel 3.5.1. Physikalische Bindemiteleigenschaften werden sowohl an den extrahierten als auch an den frischen Bindemitteln bestimmt.

Im Detail werden die Untersuchungen gemäß Tabelle 3 durchgeführt.

3.3 Mathematische Instrumentarien zur Auswertung der Ergebnisse

Für die in dieser Forschungsarbeit experimentell ermittelten Messwerte liegen Rohdatensätze mit bis zu fünf Einzelwerten je Teilkollektiv vor. Die Einzelwerte der Teilkollektive können folglich nicht mittels Testverteilungen auf das Vorhandensein von Ausreißern (abweichenden Messwerten) geprüft werden. Die Eliminierung ausreißverdächtiger Einzelwerte erfolgt – gegebenenfalls – anhand von Plausibilitätserwägungen; eliminierte Einzelwerte werden durch das arithmetische Mittel der verbliebenen Einzelwerte ersetzt, um bei weiteren statistischen Analysen mit vollständigen Datensätzen arbeiten zu können.

Gemäß FGSV (2013) ist die Spannweite d die Differenz zwischen dem größten und dem kleinsten Einzelwert einer Messreihe. Sie wird herangezogen, da eine Mehrfachbestimmung der Einzelwerte gegeben ist, aus denen ein Ergebnis gebildet werden soll. Die kritische Spannweite d_a ergibt sich aus der Multiplikation der Standardabweichung σ_a mit einem von der statischen Sicherheit P und der Anzahl der Einzelwerte abhängigen Faktor. Die statistische Sicherheit wird mit $P = 95\%$ gewählt, woraus sich folgende Faktoren zur Berechnung der kritischen Spannweite ergeben:

Kritische Spannweite

$$d_a = \begin{aligned} &2,77 \cdot \sigma_a \text{ bei zwei Einzelbestimmungen,} \\ &3,31 \cdot \sigma_a \text{ bei drei Einzelbestimmungen,} \\ &3,63 \cdot \sigma_a \text{ bei vier Einzelbestimmungen,} \\ &3,86 \cdot \sigma_a \text{ bei fünf Einzelbestimmungen.} \end{aligned}$$

Variante	Asphaltmischgut	Bitumen	Anwendungsbereich
1, 2, 3	AC 11 D S aus Asphaltmischanlage (Laborbestände des ISBS)	50/70	Verfahrensoptimierung Heißextraktion und Automatenextraktion mit OME als Lösemittel
4	AC 11 D S im Labor zusammengesetzt	50/70	Reihenuntersuchungen
5	PA 8 aus Asphaltmischanlage	40/100-65 A	
6	SMA 11 S aus Asphaltmischanlage	25/55-55 A	
7	AC 32 T S aus Asphaltmischanlage	70/100	
8	AC 22 T S aus Asphaltmischanlage	50/70	Reihenuntersuchungen und Vergleichsuntersuchung
9	SMA 11 S aus Asphaltmischanlage	25/55-55 A	
10	MA 11 S aus Asphaltmischanlage	20/30 NV	

Tab. 2: Für die Extraktion vorgesehene Asphaltarten bzw. -sorten

	Untersuchungsmethode	Kenngröße/Ergebnis		
Mischgutzusammensetzung nach Bindemittlextraktion und Destillation	Siebanalyse	Korngrößenverteilung	KGV	M.-%
		Siebliniendarstellung	k. A.	k. A.
	Bindemittelgehalt	Differenzverfahren	B _{SD}	M.-%
		Rückgewinnungsverfahren	B _{SR}	M.-%
physikalische Bindemittleigenschaften	Erweichungspunkt Ring und Kugel	Erweichungspunkt	EP RuK	°C
	Nadelpenetration	Penetration	Pen	mm/10
	Kraftduktilität	maximale Zugkraft	F _{max}	N
		Duktilität	k. A.	mm
		Verformungsarbeit	W _{gesamt}	J/cm ²
			W _{0-0,2m}	J/cm ²
	DSR-Analyse	komplexer Schermodul	G*	Pa
		Phasenwinkel	δ	°
	BBR-Analyse	Kriechsteifigkeit	S	MPa
		m-Wert	m	-
	MSCR-Test*	prozentuale Rückbildung	R ₁₀₀	%
			R ₁₆₀₀	%
			R ₃₂₀₀	%
verbleibende Kriechdehnung		J _{nr 100}	kPa ⁻¹	
		J _{nr 1600}	kPa ⁻¹	
elastische Rückstellung*		J _{nr 3200}	kPa ⁻¹	
		EL	%	

* nur an Polymermodifiziertem Bitumen

Tab. 3: Übersicht über Kenngrößen von Asphaltmischgut und Bindemittel

Sofern $n \geq 2$ Einzelwerte vorliegen und deren Spannweite \leq der kritischen Spannweite ist, werden die Einzelwerte als verträglich angesehen und das Ergebnis als arithmetisches Mittel der Einzelwerte angegeben.

3.3.1 Einfacher Varianzvergleich

Soll die Gleichheit der Varianzen zweier normalverteilter Datensätze überprüft werden, so wird nach SACHS (1984) zunächst die Null-Hypothese aufgestellt, die Varianzen seien gleich:

$$H_0: \sigma_1^2 = \sigma_2^2$$

Die Null-Hypothese wird abgelehnt, wenn die aus den Stichprobenvarianzen berechnete Testgröße

$$\hat{F} = \frac{\sigma_1^2}{\sigma_2^2}$$

bei einer angenommenen Irrtumswahrscheinlichkeit von $\alpha = 0,05$ den für die Freiheitsgrade $V_1 = (n_1 - 1)$ und $V_2 = (n_2 - 1)$ (mit $n_1, n_2 =$ Stichprobenumfang) in [21] tabellierten Schwellenwert der F-Verteilung überschreitet. Dann wird die Alternativhypothese

$$H_A: \sigma_1^2 \neq \sigma_2^2$$

angenommen, das heißt, die Hypothese der Varianzhomogenität verworfen. Für die Berechnung der Testgröße \hat{F} wird die Stichprobe unter Anwendung von Trichlorethylen als Lösemittel mit s_1^2 und die unters Anwendung von OME als Lösemittel als s_2^2 bezeichnet.

3.3.2 Einfacher Mittelwertvergleich

Stellt sich die Aufgabe, über einen Mittelwertvergleich festzustellen, ob sich im statistischen Sinne die Mittelwerte zweier Messreihen mit den Anzah-

len n_1 und n_2 der verträglichen Einzelwerte unterscheiden, so wird nach SACHS (1984) die Null-Hypothese formuliert, dass die Mittelwerte gleich seien, d. h., die Differenz der Mittelwerte im statistischen Sinne gleich null ist:

$$H_0: \mu_1 = \mu_2.$$

Die Testgröße \hat{t} zur Überprüfung der Null-Hypothese ist für die Fälle gleicher und ungleicher Stichprobenumfänge sowie gleicher und nichtgleicher Varianzen formelmäßig in Tabelle 4 angegeben.

Überschreitet die Testgröße \hat{t} bei vorgegebener Überschreitungswahrscheinlichkeit von $\alpha = 0,05$ die für die Anzahl der Freiheitsgrade v in SACHS (1984) angegebene Signifikanzschränke der t-Verteilung, so wird die Alternativhypothese

$$H_A: \mu_1 \neq \mu_2$$

akzeptiert; d. h., die Null-Hypothese auf Homogenität der Stichprobenmittelwerte wird abgelehnt.

Für die Bewertung der Ergebnisse mittels einfachen Mittelwertvergleichs wird die Standardabweichung der Untersuchungen mit Tri als Lösemittel in drei Stufen hierarchisch variiert:

Stufe1

Die Standardabweichung der Ergebnisse entspricht der tatsächlichen Standardabweichung der ermittelten Einzelwerte ($\sigma_1 = \sigma_{a(\text{Tri})}$).

Stufe 2

Die Standardabweichung entspricht der Standardabweichung für die Wiederholpräzision des jeweiligen Verfahrens ($\sigma_1 = \sigma_r$).

Stufe 3

Die Standardabweichung entspricht der Standardabweichung für die Vergleichpräzision des jeweiligen Verfahrens ($\sigma_1 = \sigma_R$).

Die Anwendung des einfachen Varianzvergleichs bzw. des einfachen Mittelwertvergleichs erfolgt bei vorliegen von fünf Einzelwerten, die einen Mittelwert bilden. Dies ist durchgängig bei den Ergebnissen der Mischgutanalysen gegeben.

3.4 Heißextraktion mittels OME

Das Verfahren der Heißextraktion soll unter Anwendung des Lösemittels OME erfolgen. Es gelten die in Kapitel 2.4 dargestellten Arbeitsschutzbedingungen.

3.4.1 Optimierung des Verfahrens

Das Verfahren Heißextraktion mit OME als Lösemittel soll weitestgehend gemäß TP Asphalt Teil 1 durchgeführt werden. Änderungen sollen nur erfolgen, sofern diese durch die Anwendung des Lösemittels OME zwingend erforderlich sind.

Stichprobenumfänge	Varianzen	
	gleich: $\sigma_1^2 = \sigma_2^2$	ungleich: $\sigma_1^2 \neq \sigma_2^2$
gleich: $n_1 = n_2$	$\hat{t} = \frac{ \bar{x}_1 - \bar{x}_2 }{\sqrt{\frac{s_1^2 + s_2^2}{n}}}$ $FG = 2 \cdot n - 2$	$\hat{t} = \frac{ \bar{x}_1 - \bar{x}_2 }{\sqrt{\frac{s_1^2 + s_2^2}{n}}}$ $FG = n - 1 + \frac{2 \cdot n - 2}{\frac{s_1^2}{s_2^2} + \frac{s_2^2}{s_1^2}}$
ungleich: $n_1 \neq n_2$	$\hat{t} = \frac{ \bar{x}_1 - \bar{x}_2 }{\sqrt{\left[\frac{n_1 + n_2}{n_1 \cdot n_2}\right] \cdot \left[\frac{(n_1 - 1) \cdot s_1^2 + (n_2 - 1) \cdot s_2^2}{n_1 + n_2 - 2}\right]}}$ $FG = n_1 + n_2 - 2$	$\hat{t} = \frac{ \bar{x}_1 - \bar{x}_2 }{\sqrt{\frac{s_1^2}{n_1} + \frac{s_2^2}{n_2}}}$ $FG = \frac{\left(\frac{s_1^2}{n_1} + \frac{s_2^2}{n_2}\right)^2}{\frac{\left(\frac{s_1^2}{n_1}\right)^2}{n_1 - 1} + \frac{\left(\frac{s_2^2}{n_2}\right)^2}{n_2 - 1}}$

Tab. 4: Vergleich zweier Mittelwerte unabhängiger Stichproben normalverteilter Grundgesamtheiten (SACHS, 1984)

Folgende wesentliche Bestandteile der Heißextraktion kommen zum Einsatz:

- Heizplatte (ohne weitere Anforderungen),
- Keramikdrahtnetz als Heizplattenaufsatz,
- Becherglas,
- Extraktionseinsatz (Drahtkorb und Siebboden),
- Kühlerdeckel,
- belüftete Wärmekammer, explosionsgeschützt,
- Durchlaufzentrifuge.

Startbedingungen

Die Durchführung der Heißextraktion erfolgt zunächst nach Vorgaben gemäß TP Asphalt-StB Teil 1 Abschnitt 5.1 Heißextraktion mit Toluol als Lösemittel. Es ist zu erwarten, dass aufgrund des deutlich höheren Siedepunktes von OME (ca. 194 °C) gegenüber Toluol (ca. 111 °C) die Heißextraktion entsprechend bei höherer Temperatur durchzuführen ist. Üblicherweise erfolgt die Heißextraktion von Toluol mit der gewählten Heizplatte auf Stufe 2 wobei dann die Heizplatte eine Temperatur von ca. 350 °C erreicht.

Die Extraktion unter Verwendung von OME unter gleichen Bedingungen führt nicht zum Aufheizen des Lösemittels bis zu seinem Siedepunkt, was auf enorme Wärmeverluste bei diesem Verfahren

schließen lässt. OME beginnt daher nicht zu kochen, und das Verfahren kann demnach nicht unter den gleichen Bedingungen wie bei Verwendung von Toluol erfolgen. Infolge werden Verfahrensparameter variiert und optimiert.

Erhöhung der Heizplattentemperatur

Es wird die nächsthöhere Stufe der Heizplatte gewählt, um das Lösemittel OME bis zu seinem Siedepunkt zu erhitzen. Bei dieser Temperaturstufe erreicht die Oberfläche der Heizplatte eine Temperatur von ca. 410 °C. Nach wenigen Minuten beginnt das Lösemittel zu kochen und die Entstehung von Lösemitteldämpfen ist zu beobachten. Die Lösemitteldämpfe steigen jedoch nicht bis zum aufgesetzten Kühlerdeckel auf. Sie kondensieren bereits auf einer Höhe von ca. 10 cm an der Innenwandung des Glasbehälters.

Bild 3 zeigt ein Thermogramm während der Versuchsdurchführung. Deutlich erkennbar ist der große Temperaturgradient in der Wandung des Glasbehälters, welcher im unteren Bereich stark durch die Heizplatte erwärmt und im oberen Bereich kühl ist. Die Kondensation der Lösemitteldämpfe erfolgt auf der Höhe des Glasbehälters mit einer Temperatur von ca. 120 °C.

Um das Extraktionsverfahren richtig anwenden zu können, muss das Kondensieren der Lösemitteldämpfe an der Glaswandung unterbunden werden.

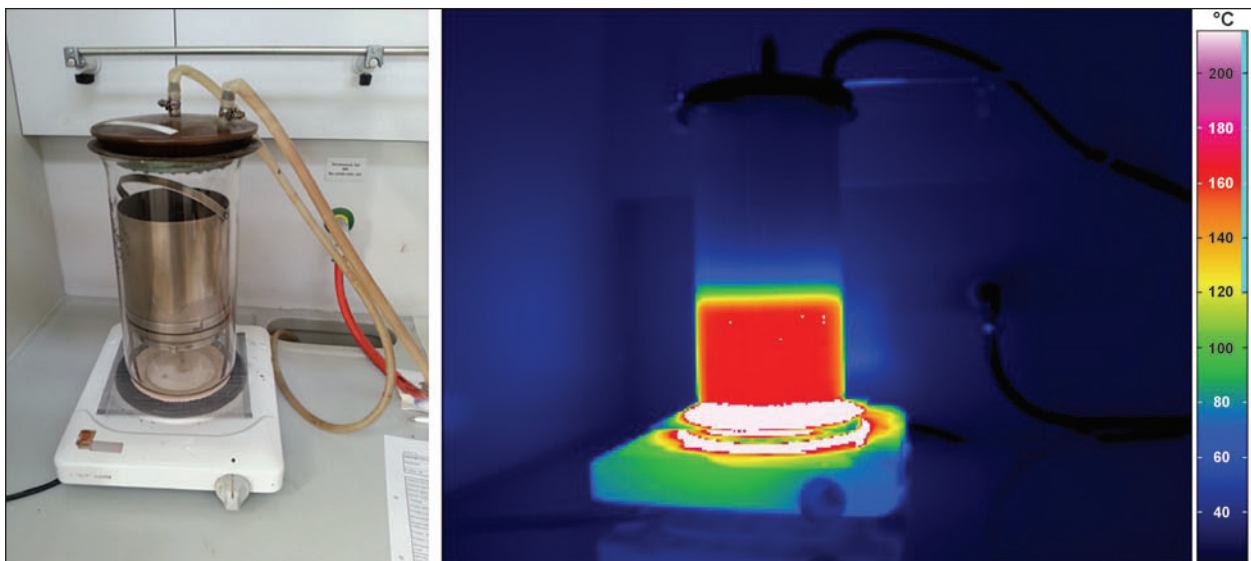


Bild 3: Heißextraktion mit OME als Lösemittel – Kondensation der Lösemitteldämpfe am Glasbehälter bei einer Temperatur von ca. 120 °C

Aufheizen der Außenwandung

Um den Glasbehälter herum werden drei Infrarotstrahler (je 500 W) installiert, welche direkt auf die Wandung im unteren Bereich gerichtet sind und diese somit von außen aufheizen. Aus Bild 4 wird deutlich, dass die Temperaturgrenze von 120 °C durch die zusätzliche Erwärmung heraufgesetzt ist. Entsprechend erfolgt die Kondensation der Lösemitteldämpfe weiter oben, jedoch noch immer an der Glaswandung und nicht am Kühlerdeckel.

In einem weiteren Schritt erfolgt die Ausrichtung der Infrarotstrahler auf den oberen Bereich der Glaswandung. Das Thermogramm in Bild 5 zeigt, dass

durch die geänderte Versuchsanordnung die Ausfallgrenze des Lösemittelkondensats nicht weiter hinauf gebracht wird.

Durch das Aufheizen der Außenwandung mittels Infrarotstrahlung kann das Kondensieren der Lösemitteldämpfe an der Außenwandung des Glasbehälters nicht hinreichend unterbunden werden.

Isolierung der Außenwandung

Die Temperatur der Heizplatte liegt deutlich oberhalb der Siedetemperatur des Lösemittels OME. Die einfache Versuchsanordnung sieht keinen Schutz vor Wärmeverlusten vor, weshalb insbeson-

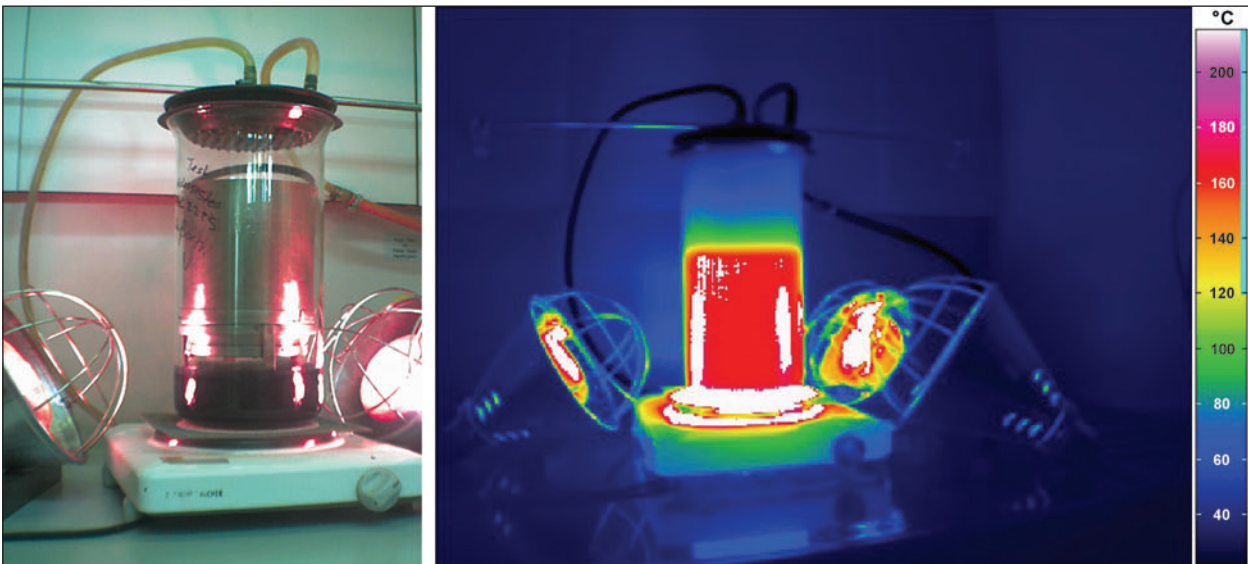


Bild 4: Heiextraktion mit OME als Lsemittel – zustzliche Erwrmung der Glaswandung im unteren Bereich durch Infrarotbestrahlung

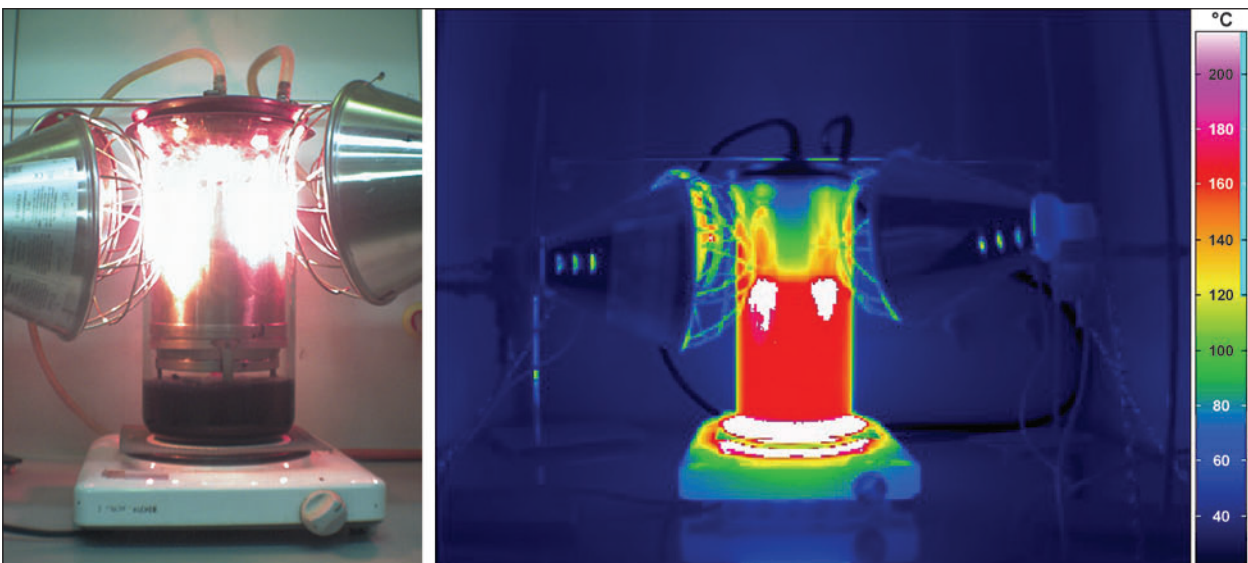


Bild 5: Heiextraktion mit OME als Lsemittel – zustzliche Erwrmung der Glaswandung im oberen Bereich durch Infrarotbestrahlung

dere über die Wandung des Glasbehälters ein Großteil der Wärmeenergie ungehindert entweichen kann. Infolge wird daher durch das Anbringen einer Isolierschicht der Wärmeverlust verringert. Dadurch verbleibt mehr Wärmeenergie im System und der Temperaturgradient im Glasbehälter wird verringert. Die Wärmeisolierung erfolgt zunächst durch das Setzen des Glasbehälters in einen Metallbehälter mit größerem Durchmesser. Zwischen die Außenwandung des Glasbehältnisses und die Innenwandung des Metallbehälters wird eine isolierende Schicht aus feiner Gesteinskörnung (Natursand) eingebracht. Zur Kontrolle des Lösemittelflusses ist eine kleine Aussparung am Metallbehälter vorgesehen. Das Thermogramm in Bild 6

zeigt, dass der Wärmeverlust durch die Isolierung deutlich reduziert ist. Durch die Aussparung ist erkennbar, dass bei dieser Versuchsanordnung die Lösemitteldämpfe wie beabsichtigt am Kühlerdeckel kondensieren und gleichmäßig in den Extraktionseinsatz tropfen.

Es zeigt sich, dass durch Temperaturerhöhung und Thermoisolierung das Verfahren der Heißextraktion so angepasst werden kann, dass mit dem Lösemittel OME ein kontinuierlicher Lösemittelfluss erzeugt werden kann. Der Einsatz der mineralischen Thermoisolierung birgt jedoch zum einen die Gefahr, dass Teile der feinen Gesteinskörnung unterhalb des Becherglases gelangen und somit den Wärme-

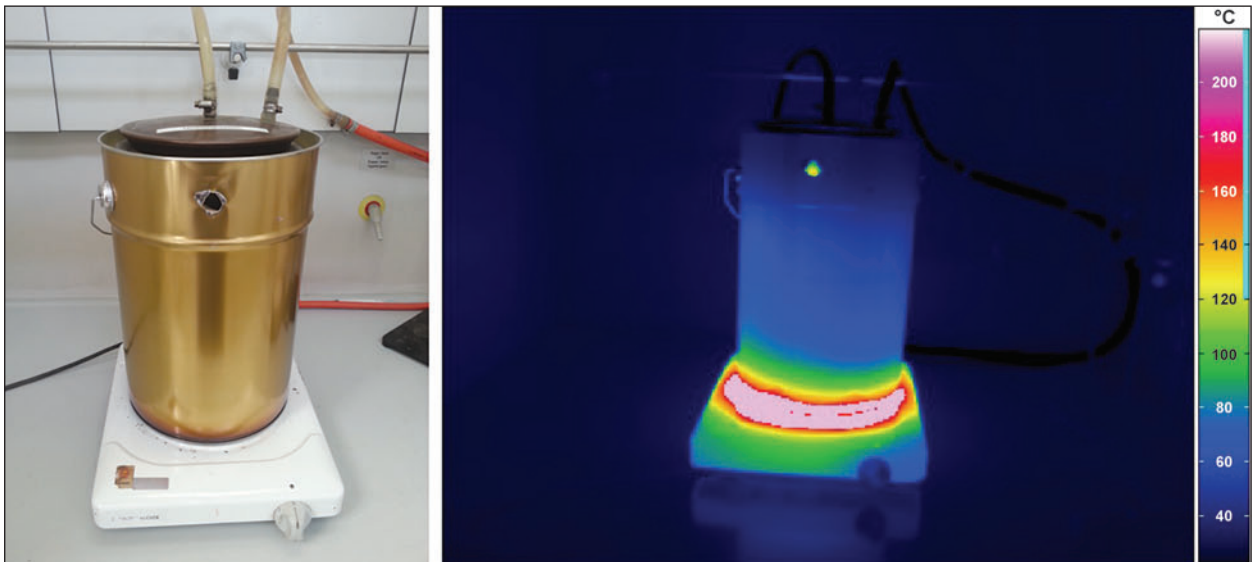


Bild 6: Heißextraktion mit OME als Lösemittel – ergänzt durch mineralische Thermoisolierung

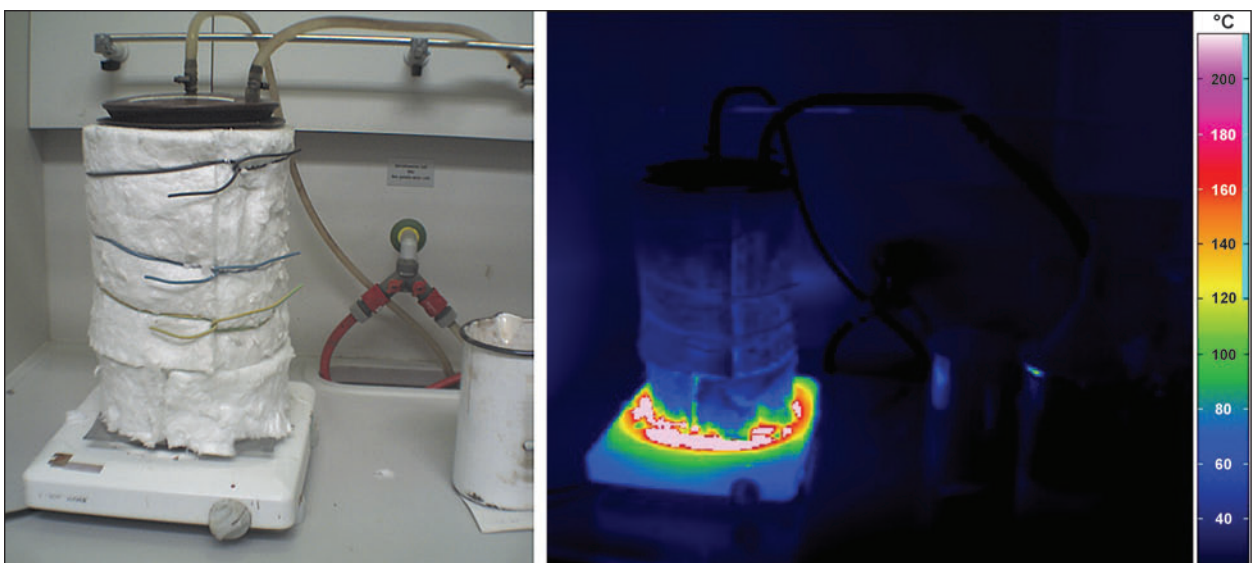


Bild 7: Heißextraktion mit OME als Lösemittel – ergänzt durch eine isolierende Mineralstofffasermatte

übergang beeinträchtigen und zum anderen, dass einzelne Körner innerhalb des Glasbehälters gelangen können. Ein geeigneteres Isoliermaterial ist eine Mineralstoffasermatte aus Erdalkali-Silikat, welche einen Temperatureinsatzbereich von bis zu 1.200 °C aufweist. Die flexible Matte wird zurechtgeschnitten, um den Glasbehälter gelegt und mit Drähten fixiert. Der untere Bereich der Faserplatte wird so präpariert, dass temporär eine Öffnung zur Überprüfung des Lösemittelabflusses aus dem Siebboden des Extraktionseinsatzes geschaffen werden kann. Bild 7 zeigt den Versuchsaufbau mit angepasster Prüfeinrichtung.

Extraktionsdauer

Durch die Extraktion soll das Bindemittel möglichst vollständig von den Gesteinskörnungen des Asphaltmischguts herausgelöst werden. Gemäß TP Asphalt Teil 1 ist der Extraktionsvorgang dann abgeschlossen, wenn das am Siebboden ablaufende Lösemittel praktisch farblos ist. Dazu wird die angebrachte Thermoisolierung im unteren Bereich alle 15 Minuten etwas geöffnet und das ablaufende Lösemittel begutachtet. Farblos ablaufendes Lösemittel wird nach einer Extraktionsdauer von ca. 90 bis 105 Minuten beobachtet. Zur Festlegung einer geeigneten Extraktionsdauer werden exemplarisch weitere Extraktionen bei doppelter Extraktionsdauer

durchgeführt und ausgewählte Kenngrößen (Sieblinie, Füllergehalt, Bindemittelgehalt) der Massenanteile in Bild 8 bis Bild 10 gegenübergestellt.

Anhand der Ergebnisse unter Variation der Extraktionsdauer (2 und 4 Stunden) kann festgestellt werden, dass bei klar ablaufendem Lösemittel der lösliche Bindemittelanteil aus dem Asphaltmischgut getrennt ist. Eine Erhöhung der Extraktionsdauer führt zu keiner Verbesserung der Ergebnisse zur Bestimmung der Asphaltmischgutzusammensetzung. Daher wird eine einheitliche Extraktionsdauer

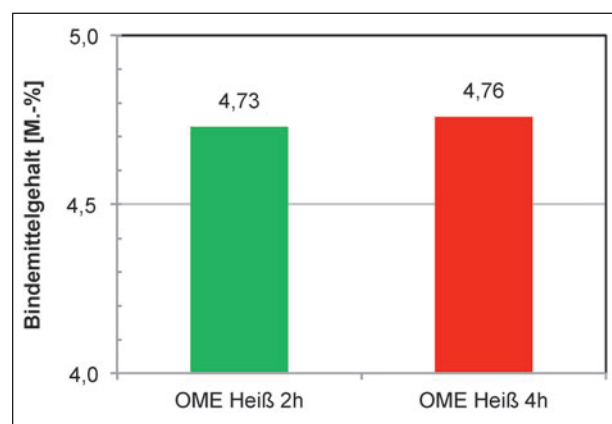


Bild 9: Bindemittelgehalt nach Rückgewinnungsverfahren für AC 11 D S, 50/70 nach Heißextraktion mit OME als Lösemittel mit Extraktionsdauern von 2 und 4 Stunden (Mittelwerte)

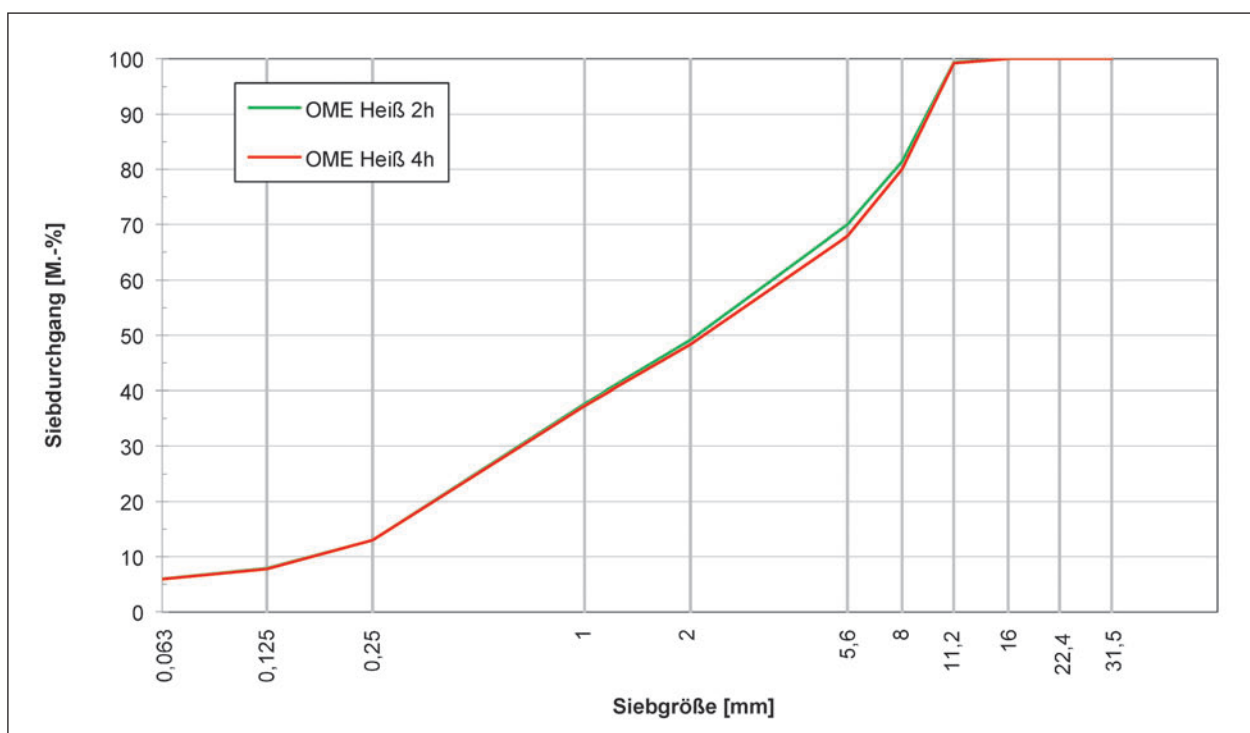


Bild 8: Sieblinien für AC 11 D S, 50/70 nach Heißextraktion mit OME als Lösemittel mit Extraktionsdauern von 2 und 4 Stunden (Mittelwerte)

für alle zu untersuchenden Asphaltmischgutvarianten von $t = 115 \pm 5$ Minuten festgelegt. Vor Beendigung des Extraktionsvorganges erfolgt zudem eine erneute visuelle Begutachtung des ablaufenden Lösemittels und ggf. eine Erhöhung der Extraktionsdauer.

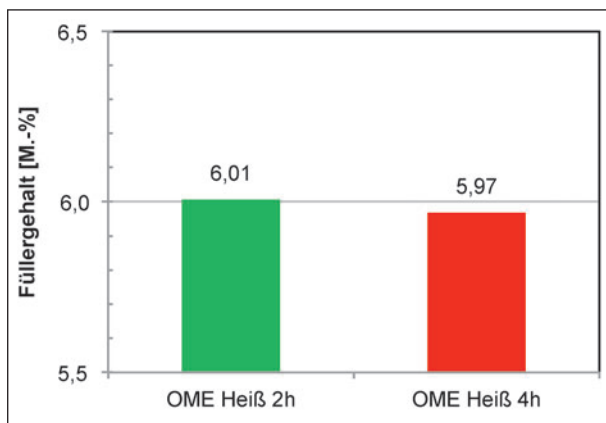


Bild 10: Füllergehalt für AC 11 D S, 50/70 nach Heißextraktion mit OME als Lösemittel mit Extraktionsdauern von 2 und 4 Stunden (Mittelwerte)

Wiederholbarkeit

Zur Überprüfung der Wiederholbarkeit der Ergebnisse der Heißextraktion mit OME als Lösemittel zur Bestimmung der Asphaltmischgutzusammensetzung wird unter oben festgelegten Extraktionsbedingungen eine Reihe von Wiederholungsprüfungen durchgeführt. Bild 11 zeigt die resultierenden Sieblinien aus acht Einzelanalysen sowie die mittlere Sieblinie. Per Augenschein kann bereits festgestellt werden, dass die Differenzen der Siebanteile gering sind.

In Tabelle 5 sind die ermittelten Spannweiten den gemäß TP Asphalt Teil 2 angegebenen kritischen Spannweiten der Verfahrenspräzision für die Heißextraktion gegenübergestellt. Es zeigt sich, dass bei keiner Korngröße die kritische Spannweite des Verfahrens überschritten ist. Die Bestimmung der Korngrößenverteilung ist daher als hinreichend wiederholbar anzunehmen.

Exemplarisch sind die zugrunde liegenden Einzelergebnisse für die Korngröße $< 0,063$ mm (Füllergehalt) in Bild 12 dargestellt.

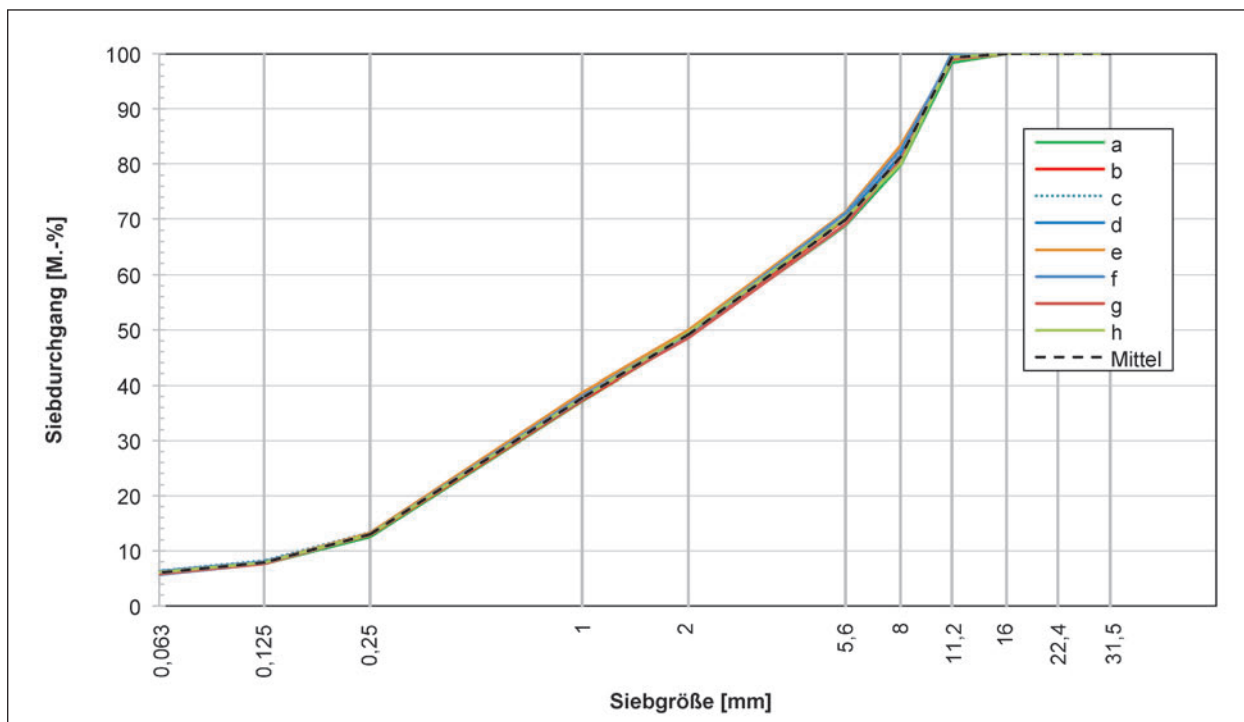


Bild 11: Sieblinien für AC 11 D S, 50/70 nach Heißextraktion mit OME als Lösemittel: Wiederholbarkeit

Korngröße der KGV [mm]	Spannweite [M.-%]	kritische Spannweite [M.-%]
> 2-11	1,48	2,19
0,063-2	1,58	3,08
< 0,125	0,80	1,16
< 0,063	0,66	0,97

Tab. 5: Spannweiten bei Heißextraktion mit OME als Lösemittel für AC 11 D S, 50/70

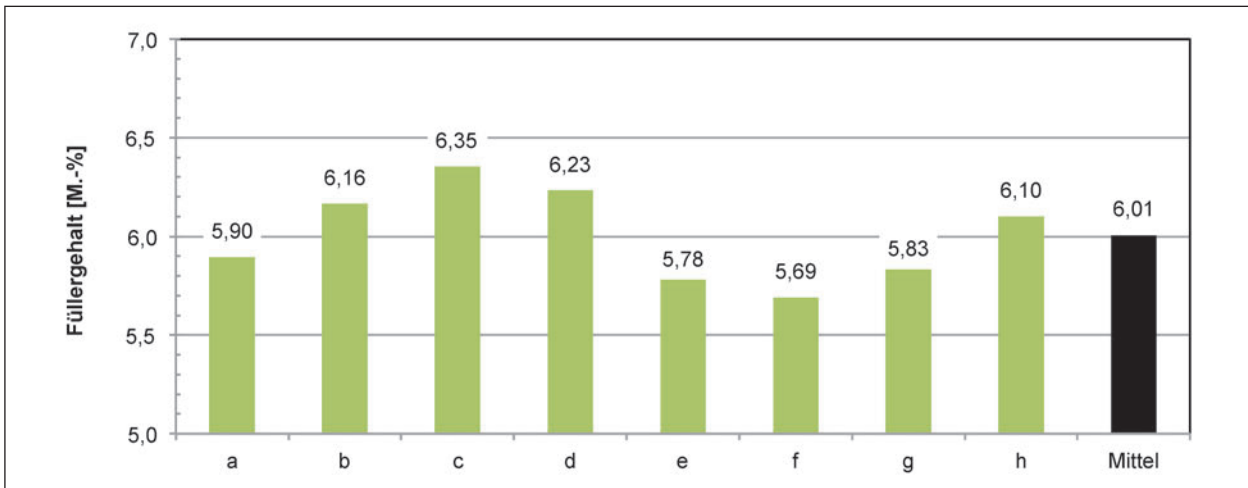


Bild 12: Füllergehalt für AC 11 D S, 50/70 nach Heißextraktion mit OME als Lösemittel: Wiederholbarkeit

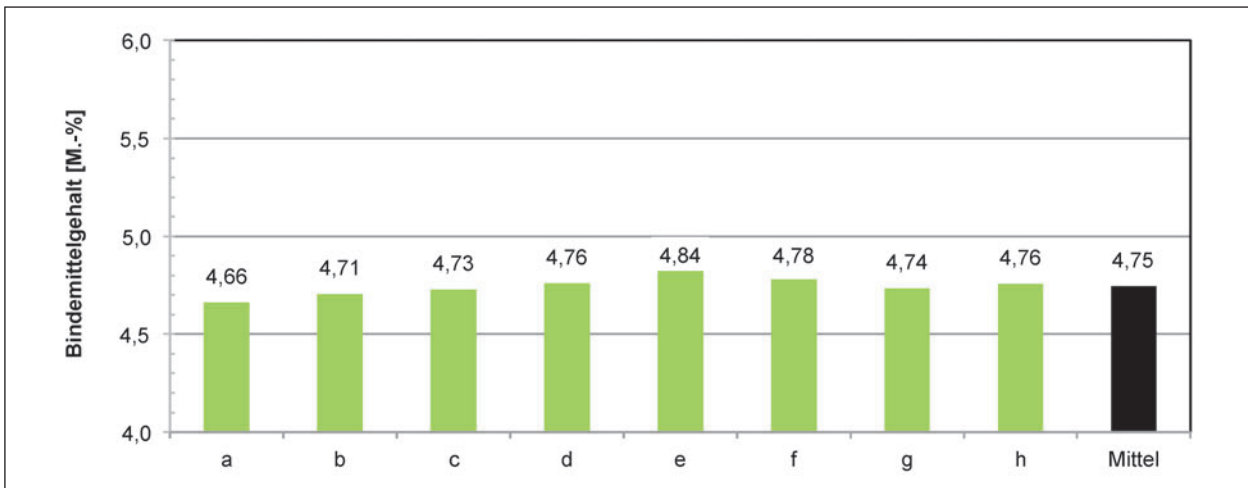


Bild 13: Bindemittelgehalt nach Rückgewinnungsverfahren für AC 11 D S, 50/70 nach Heißextraktion mit OME als Lösemittel: Wiederholbarkeit

	Spannweite [M.-%]	kritische Spannweite [M.-%]
Bindemittelgehalt	0,18	0,30

Tab. 6: Spannweite des Bindemittelgehalts bei Heißextraktion mit OME als Lösemittel für AC 11 D S, 50/70

Tabelle 6 gibt die Spannweite des Bindemittelgehalts, ermittelt nach Rückgewinnungsverfahren, an. Die zugrunde liegenden Einzelwerte sind in Bild 13 dargestellt.

Plausibilität der Extraktionsergebnisse

Eine Validierung der Extraktionsergebnisse mit OME als Lösemittel erfolgt durch den Vergleich der Ergebnisse mit Ergebnissen die unter Verwendung von Tri als Lösemittel gewonnen wurden. Dabei kommen die automatische Extraktion und die Heißextraktion mit Tri zur Anwendung. Die Ergebnisse sind in den Bildern 14 bis 16 dargestellt (Mittelwerte

aus mindestens zwei Einzelergebnissen) und ermöglichen eine Einschätzung der Plausibilität der unter Verwendung von OME gewonnenen Extraktionsergebnisse.

Es zeigt sich eine sehr gute Übereinstimmung der ermittelten Korngrößenverteilungen unabhängig vom betrachteten Extraktionsverfahren. Auffällig zeigt sich einzig der zu erwartende höhere Fülleranteil bei der Automatenextraktion mit Tri (Bild 15).

Die Plausibilität der Extraktionsergebnisse wird durch den Vergleich der verschiedenen Extraktionsergebnisse bestätigt (Bild 16).

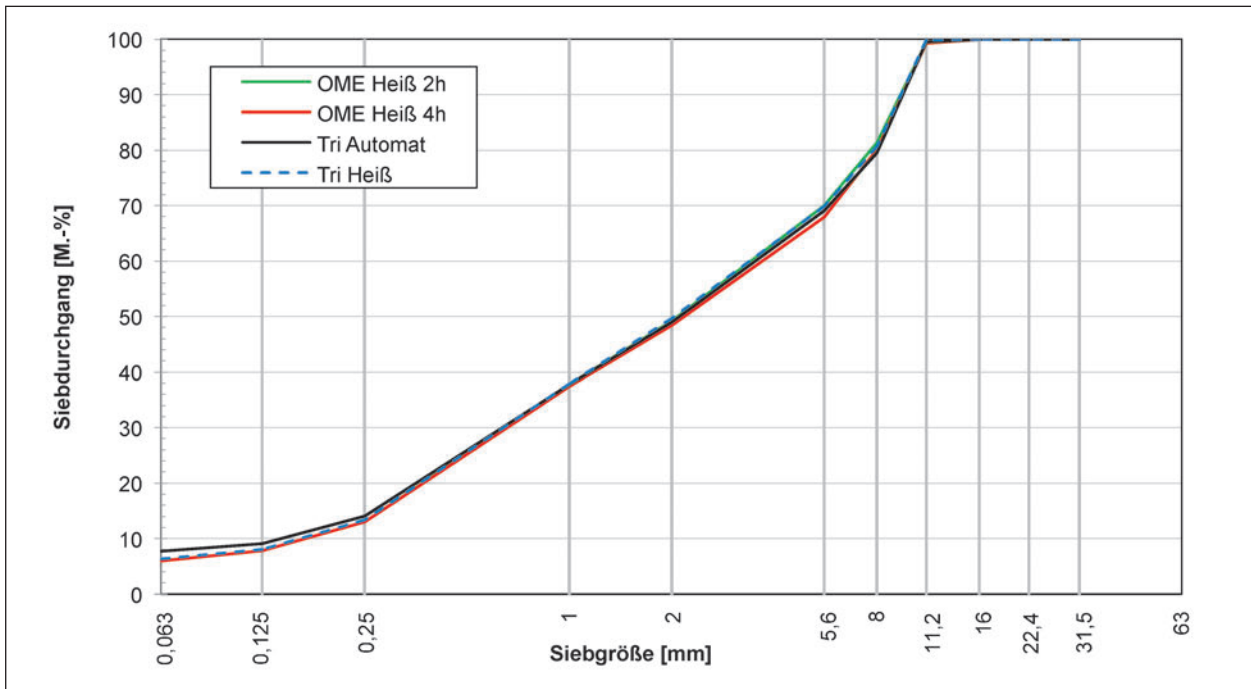


Bild 14 : Sieblinien für AC 11 D S nach Heißextraktion (Heiß) und automatischer Extraktion (Automat) jeweils mit OME und Tri als Lösemittel

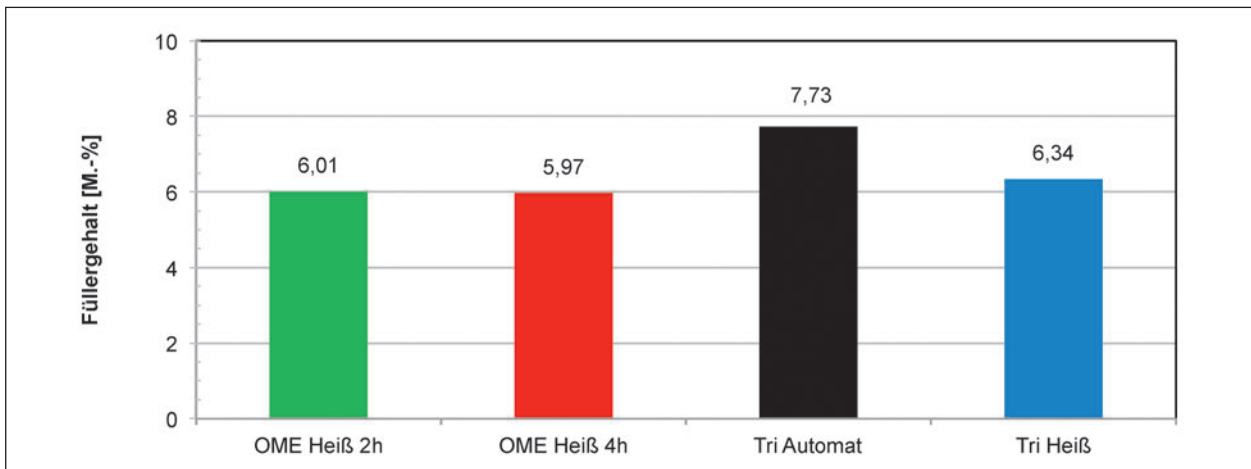


Bild 15: Füllergehalt für AC 11 D S nach Heißextraktion (Heiß) und automatischer Extraktion (Automat) jeweils mit OME und Tri als Lösemittel

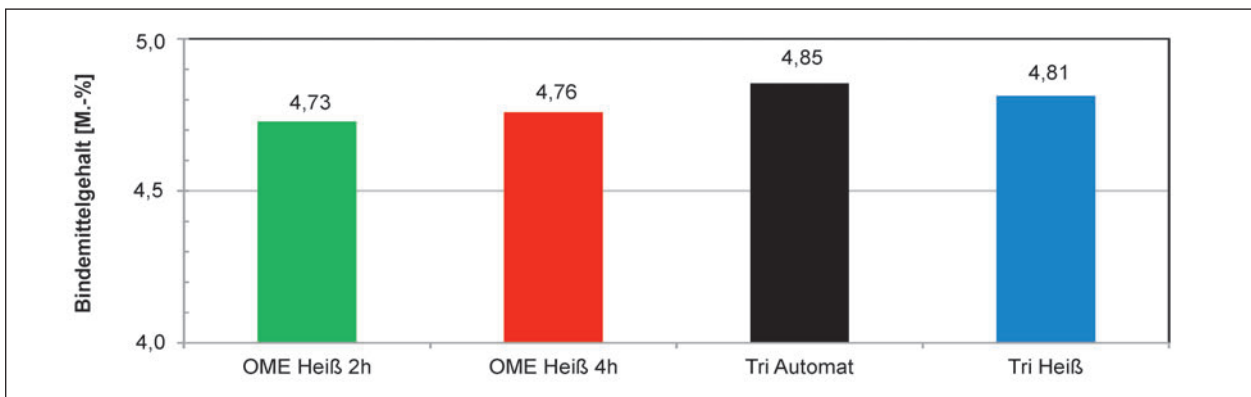


Bild 16: Bindemittelgehalt nach Rückgewinnungsverfahren für AC 11 D S nach Heißextraktion (Heiß) und automatischer Extraktion (Automat) jeweils mit OME und Tri als Lösemittel

Zentrifugieren

Die Trennung der Feinanteile $< 0,063$ mm vom Bindemittel-Lösemittel-Gemisch erfolgt gemäß TP Asphalt-StB Teil 1, mit dem einzigen Unterschied, dass die Trocknung des Zentrifugenbeckers bei höherer Temperatur erfolgt. Die visuelle Kontrolle der Zentrifugenhülse zeigt lediglich einen sehr geringen Aufstieg des Füllers an der Innenwand. Es besteht daher kein Verdacht auf unzureichende Trennung der Lösung von den Feinanteilen.

Es erfolgt zusätzlich für jedes Mischgut die Bestimmung der Asche gemäß DIN 52005 am rückgewonnenen Bindemittel. Der in der TP Asphalt-StB Teil 1 angegebene Grenzwert von 1 M.-% Asche ist bei allen Untersuchungen deutlich unterschritten weshalb dieser Vorgang der Zentrifugierung als geeignet gilt.

Ofentrocknung

Aufgrund der deutlich höheren Siedetemperatur von OME (194 °C) gegenüber Tri (87 °C) erfolgt die Trocknung der Gesteinskörnung und des Zentrifugenbeckers bei einer von der TP Asphalt-StB Teil 1 abweichenden Temperatur. Als geeignet zeigt sich eine Temperatur von 205 ± 5 °C in einem zwangsbelüftetem Wärmeschrank. Die während des Trocknens entstehenden Lösemitteldämpfe werden dabei kontinuierlich aus dem Wärmeschrank entzogen und über den Luftstrom des Laborabzugs abgeleitet. Eine Massenkonstanz ist nach einer Trocknungsdauer von ca. 4 Stunden erreicht. Zu beachten ist, dass bei Verwendung eines Papiereinsatzes

im Zentrifugenbecher dieses gegen diese höhere Temperatur beständig ist.

Destillation

Geeignete Destillationsbedingungen von OME aus Bitumen-Lösemittelgemischen wurden von WEINGART und KRÜGER (2012) herausgearbeitet und als Entwurf einer Prüfvorschrift (Rückgewinnung des Bindemittels mittels Rotationsverdampfer) dokumentiert (Bild 17).

Ähnlich wie bei der Destillation von Tri aus Bitumen-Lösemittelgemischen erfolgt die Rückgewinnung des Bindemittels mittels Rotationsverdampfer in zwei Stufen unter Variation von Temperatur und Druck. Die Siedepunkterhöhung des Bitumen-Lösemittelgemisches gegenüber dem reinen Lösemittel OME ist mit 4 °C angegeben. Die empfohlenen Destillationsbedingungen nach WEINGART und KRÜGER (2012) sind in Tabelle 7 angegeben und werden als Startbedingungen für die Destillation gewählt. Die Anwendbarkeit der Destillationsbedingungen kann bestätigt werden. Es wird jedoch beobachtet, dass der Lösemittelfluss während der ersten Destillationsphase deutlich geringer ist als bei der Destillation von Tri. Die Temperatur der ersten Destillationsphase wird daher geringfügig (+5 K) erhöht. Die Temperatur der zweiten Destillationsphase wird zur Schonung des Bindemittels herabgesetzt (-10 K). Die durch das ISBS angepassten Destillationsbedingungen sind ebenfalls in Tabelle 7 dargestellt.

Während der ersten Destillationsphase wird das Bindemittel-Lösemittel-Gemisch schubweise durch

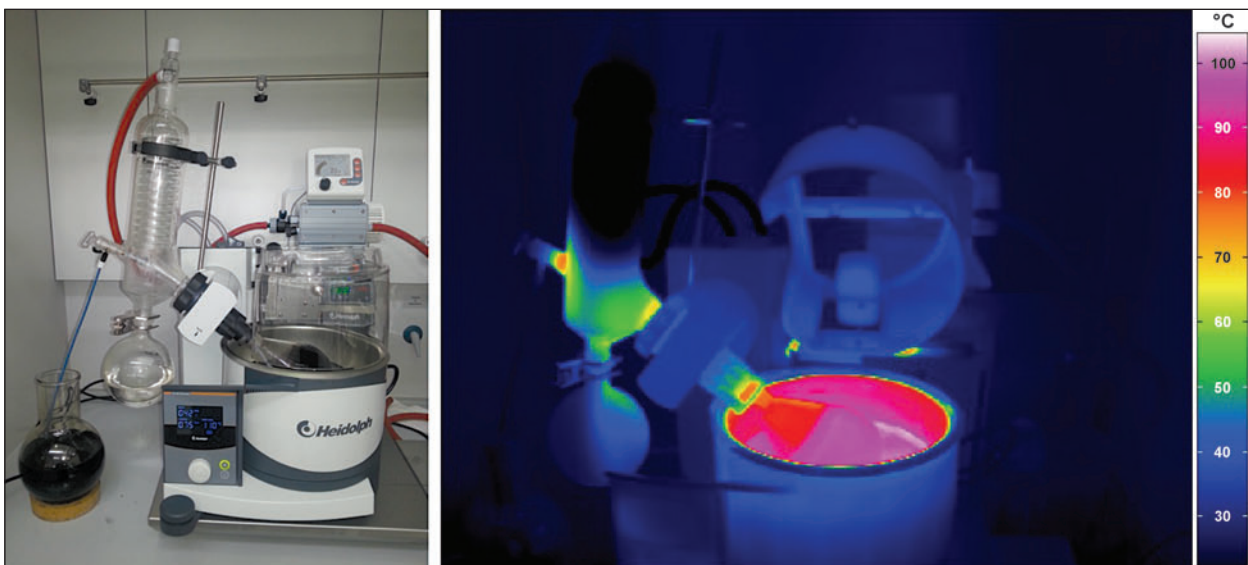


Bild 17: Am ISBS verwendeter Rotationsverdampfer mit Ölbad und Membran-Vakuumpumpe

Art des Lösemittels		Siedepunkt [°C]	Erste Phase		Zweite Phase	
			Temperatur T_1 [°C]	Druck P_1 [mbar]	Temperatur T_2 [°C]	Druck P_2 [mbar]
Tri nach TP Asphalt-StB		87,0	90 ± 5	400 ± 50	160 ± 5	20 ± 5
OME	gem. WEINGART & KRÜGER	193,5	100 ± 5	20 ± 2	170 ± 5	5 ± 1
	gem. ISBS		110 ± 5	20 ± 2	160 ± 5	5 ± 1

Tab. 7: Destillationsbedingungen zur Bindemittelrückgewinnung aus Bitumen-Lösemittel-Gemischen

Öffnen des Einlasshahnes in den Destillierkolben eingesaugt und das Lösemittel solange abdestilliert, bis keine wesentlichen Mengen mehr überdestillieren. Anschließend wird weiteres Bindemittel-Lösemittel-Gemisch angesaugt. Eine kontinuierliche Zuflussrate des Gemisches, welche annähernd der Abflussrate ist, kann nicht eingestellt werden. Die Destillationsbedingungen der zweiten Phase bleiben bestehen, bis kein Lösemittel mehr überdestilliert und dann für weitere 10 ± 2 Minuten beibehalten. Anschließend erfolgt die sukzessive Erhöhung des Druckes auf Atmosphärendruck, um den Verdampfungskolben zu entnehmen. Auffällig hierbei ist das sichtbare Entweichen von weißlichen Dämpfen nach Abnahme des Kolbens von welchem ein unangenehmer stechend beißender Geruch ausgeht (nähere Angaben s. Kapitel 4.1.1). Nach Verfliegen

der Dämpfe verbleibt ein unangenehmer Geruch des Bindemittels, welcher an verbrannten Kork erinnert. Die Abnahme des Verdampfungskolbens und die Handhabung des heißen Bitumens erfolgt aufgrund der auftretenden Dämpfe stets im Abzug und unter Verwendung einer Atemschutzmaske.

Auffälligkeiten während der Destillation

Während der Destillation wandern die Lösemitteldämpfe im Rotationsverdampfer vom Verdampfungskolben durch ein Dampfdurchführungrohr (Steigrohr) bis zum Glaskühler, an dem diese kondensieren und in den Auffangkolben tropfen. Der aus dem Ölbad herausragende Teil des Verdampfungskolbens sowie das Steigrohr sind dabei nicht temperiert und somit deutlich kühler als die Lösemitteldämpfe. Dies führt dazu, dass ein Teil der Lösemitteldämpfe bereits an diesen Geräteteilen kondensiert und nicht bis zum Kühler und somit nicht in den Auffangkolben gelangt. Folglich fließen geringe Mengen der kondensierten Lösemitteldämpfe zurück in den Verdampfungskolben. Dies ist sowohl in der ersten als auch in der zweiten Phase des Destillationsvorgangs sowie bei der Entnahme des Verdampfungskolbens zu beobachten. Ein vollständiges Ausbringen des Lösemittels aus dem rückgewonnenen Bitumen kann mit diesem Destillationsverfahren nicht sichergestellt werden.



Bild 18: Anlage am ISBS für die automatische Extraktion mit OME als Lösemittel

3.5 Automatische Extraktion mit OME als Lösemittel

Das Verfahren der automatischen Extraktion soll unter Anwendung des Lösemittels OME erfolgen. Eine Extraktionsanlage (Fa. infraTest Prüftechnik GmbH), vorbereitet für dieses Lösemittel, wurde im Juni 2014 an das ISBS geliefert und in Betrieb genommen (siehe Bild 18).

Die Extraktionsanlage ermöglicht das Auswaschen der Bitumenanteile von Asphaltmischgut, die Trennung von Füller und Bitumen sowie eine Teildestillation des Lösemittels bei moderaten Temperaturen (unter 130 °C), die durch reduzierten Druck im Gerät möglich werden. Durch den notwendigen Unterdruck werden besonders hohe Anforderungen an die Dichtheit der Anlage gestellt. Während des Extraktionsvorganges entweichen Lösemitteldämpfe daher lediglich als Abluft aus der Vakuumpumpe. Diese Abluft wird direkt in die Laborabsaugung geleitet.

Der Gerätehersteller weist darauf hin, dass bis auf Weiteres aufgrund der nicht gesicherten Beständigkeit verschiedener Dichtungen ein dauerhaft durchgängiger Betrieb der Anlage nicht gewährleistet werden kann.

3.5.1 Optimierung des Verfahrens

Das Verfahren automatische Extraktion mit OME als Lösemittel kann vollständig gemäß TP Asphalt Teil 1 (für Tri) durchgeführt werden, da die vorliegende Extraktionsanlage alle Voraussetzungen dazu erfüllt und bezüglich des Extraktionsprozesses keine genauen Angaben gemacht werden. Sichergestellt werden muss, dass nach Abschluss des Extraktionsvorganges das Bitumen bestmöglich aus dem Asphaltmischgut herausgelöst ist, vom Füller getrennt und gemeinsam mit dem Restlösemittel vollständig in den Verdampfungskolben überführt wird. Anhand der rückgewonnenen bitumenfreien Gesteinskörnung muss die Bestimmung der Korngrößenverteilung sicher erfolgen können.

Startbedingungen

Die physikalischen Bedingungen für das Auswaschen des Bitumens, die Trennung des Füllers vom Bitumen sowie Destillation und Rückgewinnung des Lösemittels sind insbesondere vom Siedeverhalten sowie der Dichte des Lösemittels OME abhängig. Diese wurden seitens Gerätehersteller auf die technischen Voraussetzungen der Extraktionsanlage abgestimmt und in Programmschritten zusammengefasst, in denen einige Parameter durch den Anwender änderbar sind.

Diese Programmschritte sind Waschgang (Wg) und Spülen (Spl). Darin sind folgende Parameter veränderbar:

- die Flutzeit der Waschkammer,

- die Dauer des Ultraschalls,
- die Wartezeit zwischen den Waschgängen sowie
- der Zugabezeitpunkt und die Zugabedauer des Lösemittels.

Weiterhin lassen sich folgende allgemeine Parameter verändern:

- die Dauer des Frischluftblasens in Waschkammer und Zentrifuge bevor die Türen entriegelt werden,
- die Temperaturdifferenz zwischen „Sumpf unten“ und „Sumpf oben“ als Abbruchkriterium für die Destillation (dadurch wird die Konsistenz des verbleibenden Bindemittel-Lösemittelgemischs gesteuert),
- die Entnahmewartezeit,
- die automatische Entnahmezeit,
- die Pause nach der Entnahme sowie
- der Entnahmedruck im Destillationsraum.

Als Grundlage für die ersten Analysen wird das Programm mit den Parametern gemäß Tabelle 8 verwendet, mit denen ein vollständiger Extraktionsvorgang ca. 2:15 h dauert.

Extraktionsdauer

Gemäß TP Asphalt Teil 1 ist der Extraktionsvorgang dann abgeschlossen, wenn nachgewiesen ist, dass die gewonnenen Ergebnisse mit jenen der Heißextraktion übereinstimmen bzw. korrelieren. Sofern unter gegebenen Bedingungen Bindemittelrückstände an der Gesteinskörnung verbleiben, muss sich bei längeren Waschzeiten das Extraktionsergebnis ändern. Zur Überprüfung der vorgegebenen Extraktionsdauern werden Extraktionen bei doppelter Anzahl an Waschzyklen durchgeführt und ausgewählte Kenngrößen (Sieblinie, Füllergehalt, Bindemittelgehalt) der Massenanteile in den Bildern 19 bis 21 gegenübergestellt.

Anhand der Ergebnisse unter Variation der Waschganganzahl (einfach und doppelt) kann festgestellt werden, dass der lösliche Bindemittelanteil bereits bei einfacher Waschganganzahl aus dem Asphaltmischgut getrennt ist. Eine Erhöhung der Waschganganzahl führt daher zu keiner Verbesserung der Ergebnisse zur Bestimmung der Asphaltmischgutzusammensetzung.

P.-Nr	Parametername	Funktion	Wert	Einheit
-	[Rezeptur]	Geben Sie einen Namen für die Rezeptur ein, der im Menü zur Rezepturauswahl und auf der Schaltfläche zum Start einer Extraktion angezeigt wird.	-	-
702	Wg(Löse) Flutzeit	Dauer, während der das Lösemittelventil am Beginn jedes Löse-Waschganges geöffnet ist.	40	s
703	Wg(Löse) Zeit Ultraschall ein	Dauer, während der der Ultraschallgenerator während des Löse-Waschganges aktiv ist.	10	min
712	Wg(Aufh) Flutzeit	Dauer, während der das Lösemittelventil am Beginn jedes Aufheiz-Waschganges geöffnet ist.	40	s
713	Wg(Norm) Zeit Ultraschall ein	Dauer, während der der Ultraschallgenerator während des Waschganges aktiv ist.	10	min
722	Wg(Norm) Flutzeit	Dauer, während der das Lösemittelventil am Beginn jedes Waschganges geöffnet ist.	90	s
743	Wartezeit zwischen den WGs	Dauer, erst nach Ablauf der Zeit wird der nächste Waschgang gestartet.	20	sec
1004	Zugabezeit LM	Dauer, während der das Lösemittelventil am Beginn jedes Spülschrittes geöffnet ist.	8	s
1801	Trockenzeit	Dauer, während der die Mineralien und der Prozessraum durch Luftumwälzung getrocknet wird.	40	min
1901	Dauer Frischluftblasen	Dauer, während der der Prozessraum am Ende der Extraktion mit Frischluft durchspült wird, um Lösemittelreste aus dem Prozessraum zu entfernen.	5	min
3003	Differenz (T_Sumpfboben-T_Sumpf_unten) > = 3003 für Wechsel von Aktiv → Bereit	Überschreitet der Differenzwert zwischen der oberen und der unteren Sumpftemperatur den eingestellten Wert, wird die Destillation beendet (wenn der obere Sensor nicht mehr mit Flüssigkeit bedeckt ist, nähert sich dieser der Dampftemperatur an).	6	°C
3601	Entnahme Wartezeit	Dauer, während der ein Unterdruck im Entnahmekolben aufgebaut wird und das Entnahmeventil noch geschlossen ist.	20	s
3604	Autom. Entnahmezeit	Dauer, während der die Altwarenentnahme aktiviert wird, um das Bindemittel in den Rundkolben zu fördern.	270	sec
3606	Nach Entn. Spülzeit	Dauer, während der Lösemittel zum Spülen des Destillationsraums zugeführt wird.		s
3607	Nach Entn. Spülen Pause	Dauer, während der die Altwarenentnahme nach Ende der Spülzeit aktiv bleibt, um die Bindemittelreste mit dem Lösemittel in den Rundkolben zu fördern.	10	s
3608	Entnahmedruck (X< 100 = AUS)	Druck, welcher vor Beginn der Altwarenentnahme in der Destillation eingestellt wird.	260	hPa
3610	Altwarenentnahme in Trocken+FriBlasen aktivieren	0: Altwarenentnahme muss am Ende der Extraktion manuell angestoßen werden. 1: Altwarenentnahme erfolgt während dem Trocknen oder Frischluftblasen automatisch, wenn das Ende der Destillation erkannt wurde.	0	-
5001	1. Programmschritt	Mit diesen Parametern kann der Verfahrensablauf definiert werden. In jedem Programmschritt kann der gewählte Prozess 1- bis 5-mal wiederholt werden. Zur Auswahl stehen folgende Prozessschritte: <ul style="list-style-type: none">• Spülen (Spl),• Waschen (Wg),• Lösewaschgang (LWg),• Aufheizwaschgang (mit erhöhtem Temperaturniveau) (AWg),• Trocknen.	1xLWg	-
5002	2. Programmschritt		5xSpl	-
5003	3. Programmschritt		1xLWg	-
5004	4. Programmschritt		5xSpl	-
5005	5. Programmschritt		1xLWg	-
5006	6. Programmschritt		5xSpl	-
5007	7. Programmschritt		1xLWg	-
5008	8. Programmschritt		5xSpl	-
5009	9. Programmschritt		1xAWg	-
9402	Standard Temperatur Zentrifuge	Grenztemperatur, bei der die Begleitheizung des Zentrifugengehäuses abgeschaltet wird.	140	°C

Tab. 8: Parameter einer Programmdatei

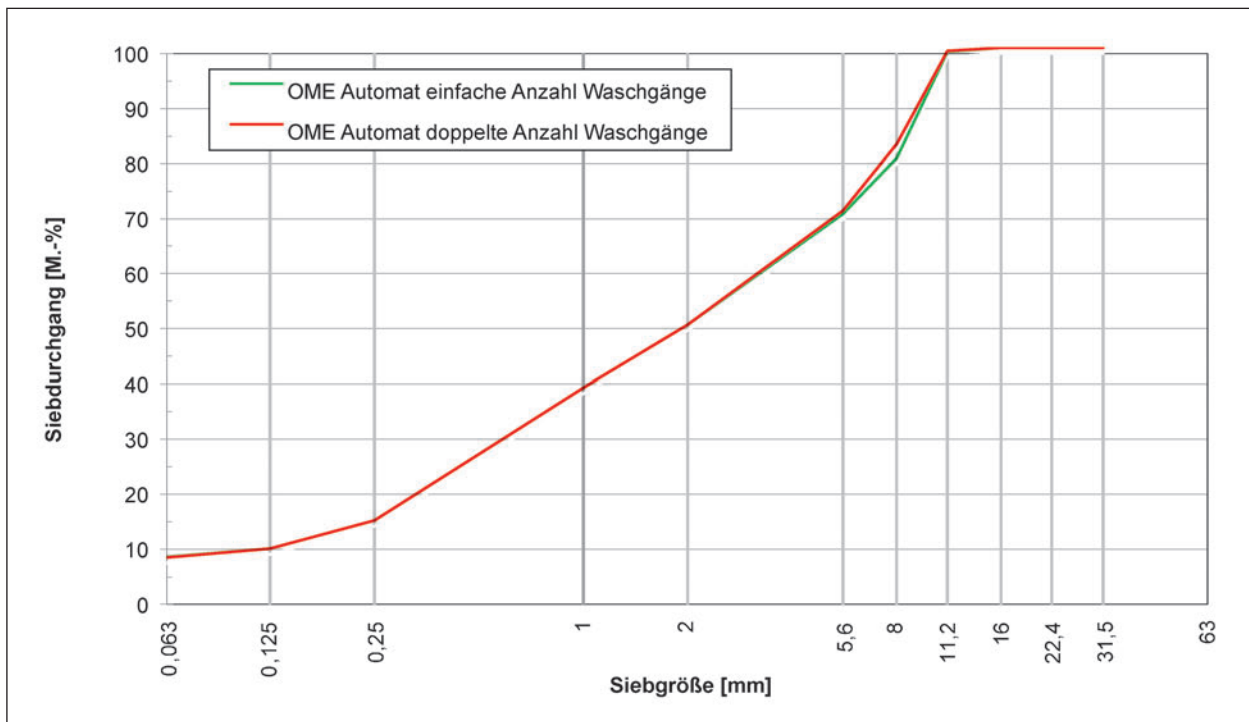


Bild 19: Sieblinien für AC 11 D S, 50/70 nach automatischer Extraktion mit OME als Lösemittel mit einfacher und doppelter Anzahl an Waschgängen (Mittelwerte)

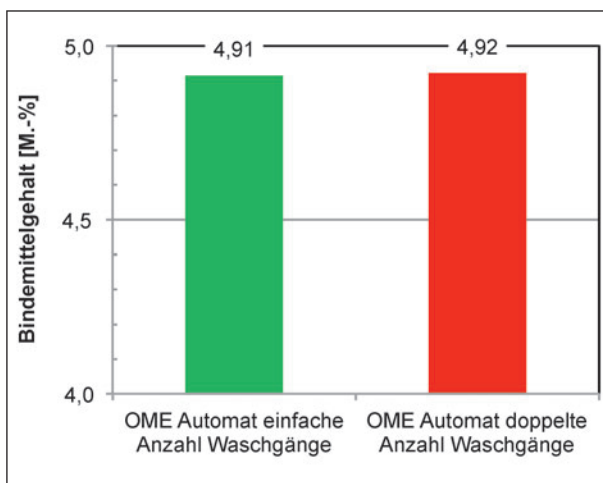


Bild 20: Bindemittelgehalt nach Rückgewinnungsverfahren für AC 11 D S, 50/70 nach automatischer Extraktion mit OME als Lösemittel mit einfacher und doppelter Anzahl an Waschgängen (Mittelwerte)

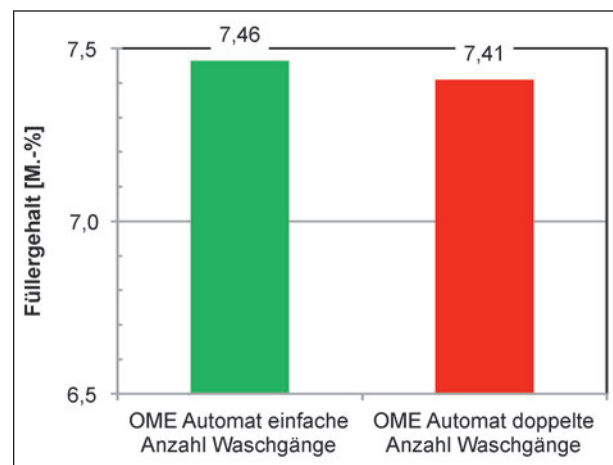


Bild 21: Füllergehalt für AC 11 D S, 50/70 nach automatischer Extraktion mit OME als Lösemittel mit einfacher und doppelter Anzahl an Waschgängen (Mittelwerte)

Entnahme rückgewonnener Komponenten

Nach Abschluss der Extraktion liegen die Gesteinskörnungen > 0,063 mm, der Füller sowie das Bindemittel-Lösemittelgemisch weitestgehend getrennt vor.

Das Bindemittel-Lösemittelgemisch kann in den angehängten Verdampfungskolben zur weiteren Bindemittelrückgewinnung überführt werden. Durch ein Glasfenster im Destillationsraum kann die voll-

ständige Überführung visuell kontrolliert und ggf. ein (oder mehrere) Nachspülgang (bzw. -gänge) eingeleitet werden. Anschließend werden die Dämpfe aus dem Verdampfungskolben abgesaugt, sodass nach der Kolbenabnahme vom Inhalt nur eine geringe Dampfbildung ausgeht.

Die Entnahme der Zentrifugenhülle mit dem Teilfüller sowie der Waschtrommel mit der Gesteinskörnung erfolgt auf herkömmliche Art und Weise, jedoch bei höherer Temperatur, da die Trocknung bei ca. 140 °C erfolgt. Hier sind ggf. dickere Wärme-

handschuhe zu verwenden, bzw. es ist zu warten, bis die Komponenten ausreichend abgekühlt sind. Durch einen automatischen Luftaustausch am Ende der Extraktion werden Lösemitteldämpfe aus der Waschkammer und der Zentrifuge abgeleitet und Frischluft eingeleitet, sodass nach dem Öffnen der Türen der Geruch des Lösemittels kaum wahrnehmbar ist.

Deutlich verändert zeigt sich die Verteilung des Füllers in der Extraktionsanlage. Neben dem Füller in der Zentrifugenhülse verbleibt eine erhebliche Menge zwischen der Wandung der Waschkammer und der Waschtrommel (siehe Bild 22).

Dieser Fülleranteil wird aus der Waschtrommel ausgetragen, jedoch nicht gemeinsam mit dem Binde-

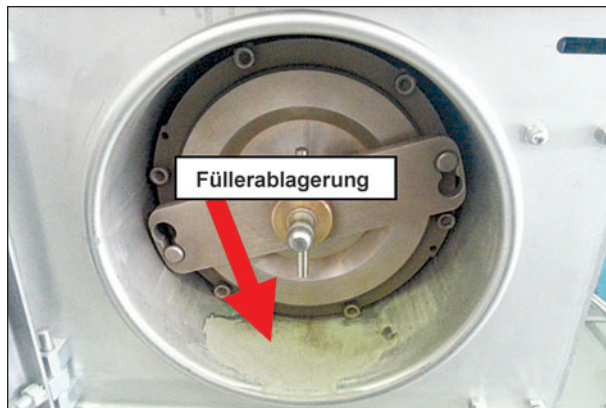


Bild 22: Ablagerung des Teilfüllers zwischen Waschtrommel und Waschkammer nach Abschluss der automatischen Extraktion mit OME

mittel bzw. Lösemittel in die Zentrifuge geleitet. Ursächlich dafür ist vermutlich die gegenüber Tri deutlich geringere Dichte des Lösemittels OME (Tri: 1,16, OME: 0,88 g/cm³). Dies führt dazu, dass sich die Füllerpartikel am Boden der Waschkammer absetzen. Bild 23 zeigt die Verteilung des Füllers infolge der automatischen Extraktion mit OME als Lösemittel. Lediglich ca. drei Viertel der gesamten Füllermenge gelangen in die Zentrifuge, ca. ein Viertel der gesamten Füllermenge verbleibt in der Waschkammer. Ein sehr geringer Anteil des Füllers wird nicht ausgewaschen und wird erst bei der Siebung der Gesteinskörnung von dieser getrennt.

Die Entnahme des Füllers aus der Waschkammer kann auf unterschiedliche Art und Weise erfolgen. Nahezu rückstandslos ist dies durch Ausbürsten mit einem Pinsel möglich. Der ausgebürstete Füller ist am Rand der Waschkammer vollständig aufzufangen und dann in den Zentrifugenbecher zu überführen. Erfolgt die Entnahme des Füllers aus der Waschkammer nicht sorgfältig, wird das Ergebnis der Extraktion ungenau.

Wiederholbarkeit

Zur Überprüfung der Wiederholbarkeit der Ergebnisse der automatischen Extraktion mit OME als Lösemittel zur Bestimmung der Asphaltmischgutzusammensetzung wird unter oben festgelegten Extraktionsbedingungen eine Reihe von Wiederholungsprüfungen durchgeführt. Bild 24 zeigt die resultierenden Sieblinien aus acht Einzelanalysen

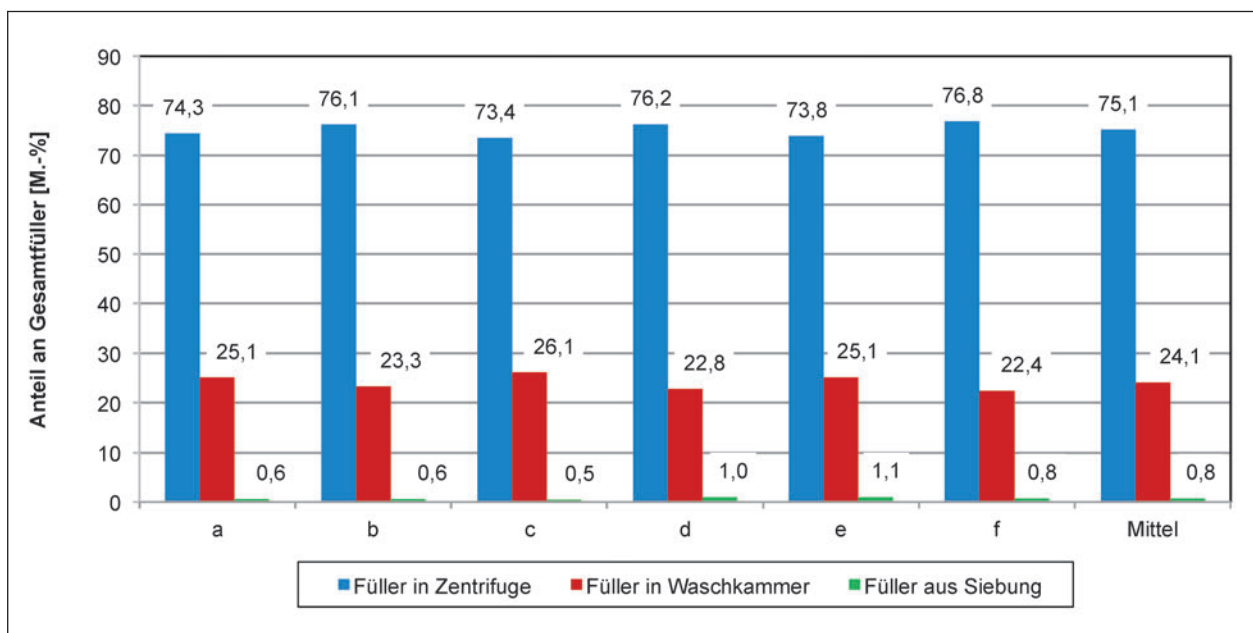


Bild 23: Verteilung des Gesamtfüllers für AC 11 D S in der Extraktionsanlage nach automatischer Extraktion mit OME als Lösemittel

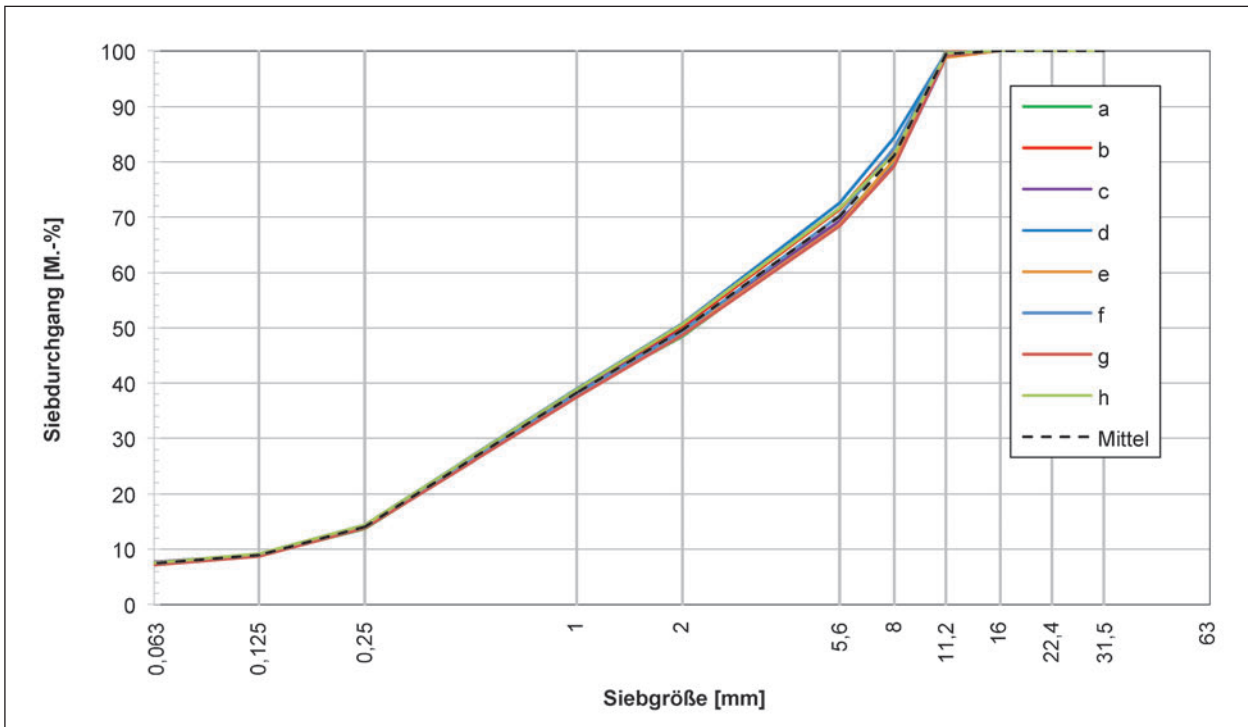


Bild 24: Sieblinien für AC 11 D S, 50/70 nach automatischer Extraktion mit OME als Lösemittel: Wiederholbarkeit

Korngröße der KGV [mm]	Spannweite [M.-%]	kritische Spannweite [M.-%]
> 2-11	2,2	2,2
0,063-2	2,09	3,08
< 0,125	0,46	1,16
< 0,063	0,53	0,97

Tab. 9: Spannweiten bei Automatischer Extraktion mit OME als Lösemittel für AC 11 D S, 50/70

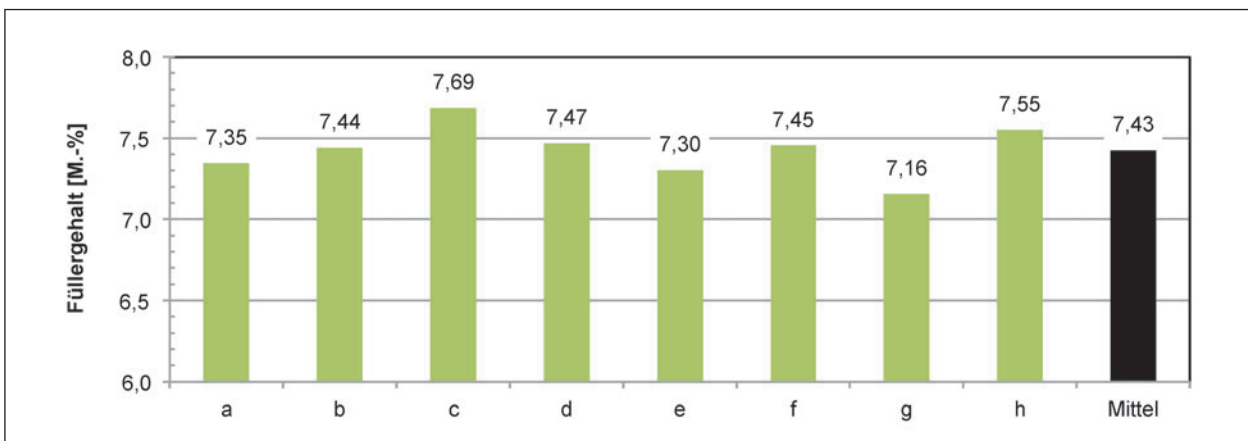


Bild 25: Füllergehalt für AC 11 D S, 50/70 nach automatischer Extraktion mit OME als Lösemittel: Wiederholbarkeit

sowie die mittlere Sieblinie. Per Augenschein kann festgestellt werden, dass die Differenzen der Siebanteile sehr gering sind.

In Tabelle 9 sind die ermittelten Spannweiten den gemäß TP Asphalt Teil 2 angegebenen kritischen

Spannweiten der Verfahrenspräzision für die Hei-
 ßextraktion gegenübergestellt. Es zeigt sich, dass bei keiner Korngröße die kritische Spannweite des Verfahrens überschritten wird. Die Bestimmung der Korngrößenverteilung ist als hinreichend wiederholbar anzunehmen.

	Spannweite [M.-%]	kritische Spannweite [M.-%]
Bindemittelgehalt	0,15	0,30

Tab. 10: Spannweite des Bindemittelgehalts bei Automatischer Extraktion mit OME als Lösemittel für AC 11 D S, 50/70

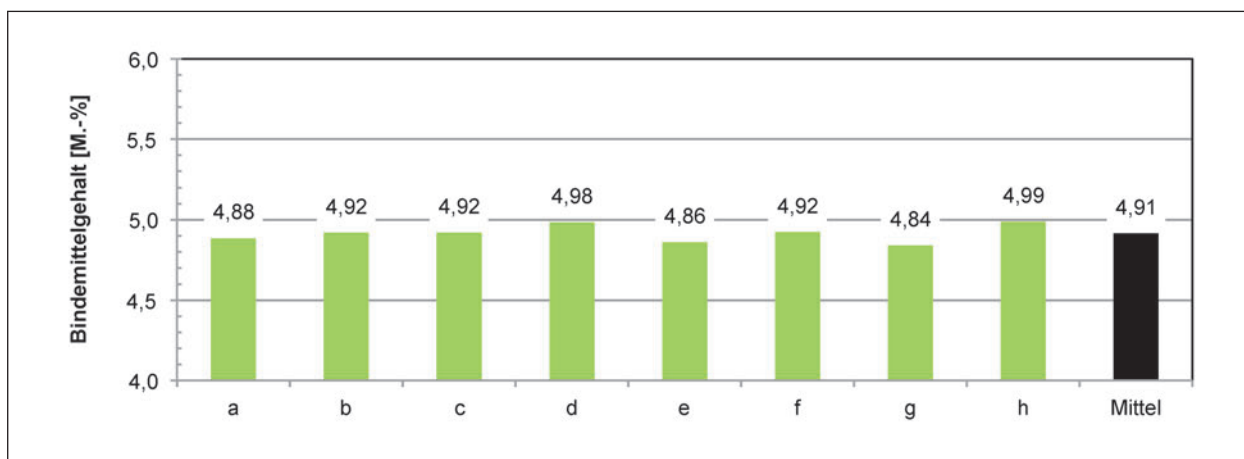


Bild 26: Bindemittelgehalt nach Rückgewinnungsverfahren des AC 11 D S nach automatischer Extraktion mit OME als Lösemittel: Wiederholbarkeit

Exemplarisch sind die zugrunde liegenden Einzelergebnisse für die Korngröße < 0,063 mm (Füllergehalt) in Bild 25 dargestellt.

Tabelle 10 gibt die Spannweite des Bindemittelgehalts, ermittelt nach Rückgewinnungsverfahren, an. Die zugrunde liegenden Einzelwerte sind in Bild 26 dargestellt.

Plausibilität der Extraktionsergebnisse

Eine Validierung der Ergebnisse nach automatischer Extraktion mit OME als Lösemittel erfolgt durch den Vergleich der Ergebnisse mit Ergebnissen die unter Verwendung von Tri als Lösemittel gewonnen wurden. Die Ergebnisse sind in den Bildern 27 und 28 dargestellt (Mittelwerte aus mindes-

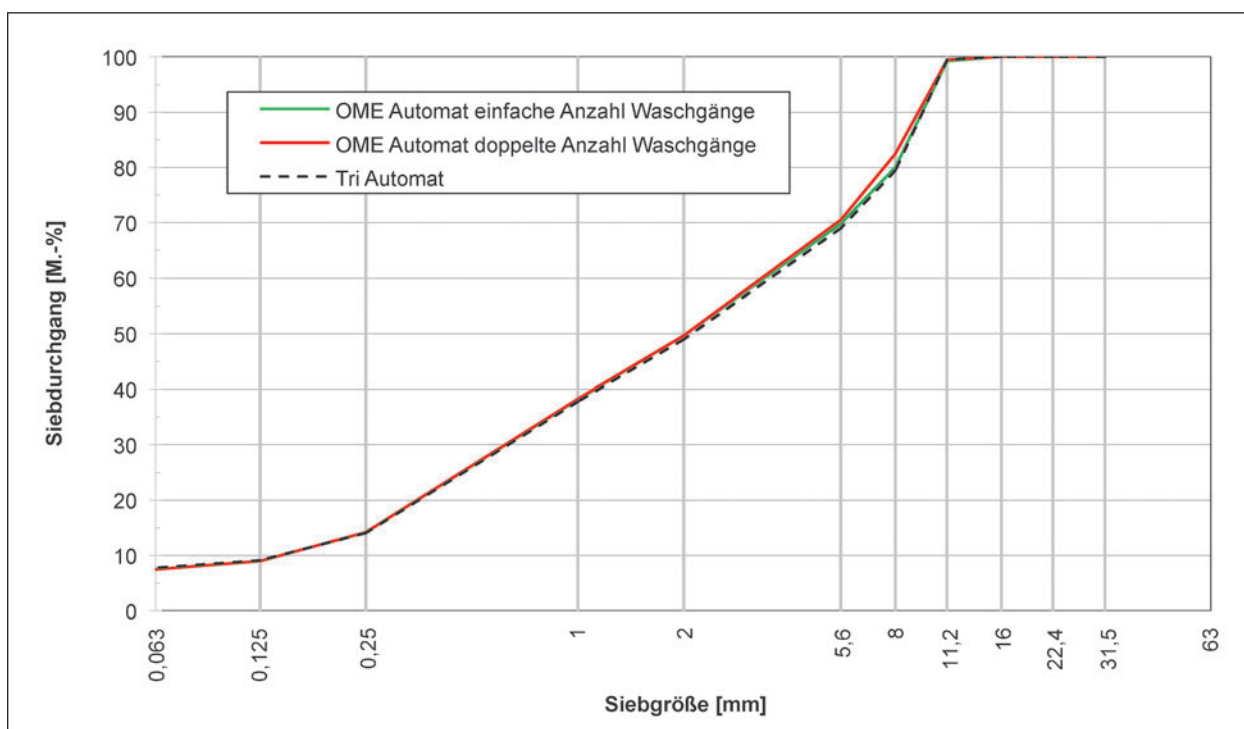


Bild 27: Sieblinien des AC 11 D S nach automatischer Extraktion (Automat) mit OME und Tri als Lösemittel

tens zwei Einzelergebnissen) und ermöglichen eine Einschätzung der Plausibilität der unter Verwendung von OME gewonnenen Extraktionsergebnisse.

Es zeigt sich eine sehr gute Übereinstimmung der ermittelten Korngrößenverteilungen unabhängig vom betrachteten Extraktionsverfahren. Füllergehalt und Bindemittelgehalt zeigen sich ebenfalls unauffällig (siehe Bild 28 und Bild 29).

Die Plausibilität der Ergebnisse wird durch den Vergleich der verschiedenen Extraktionsergebnisse bestätigt.

Ofentrocknung

Eine zusätzliche Trocknung der rückgewonnenen Gesteinskörnung sowie des Füllers ist nicht notwendig, da in der Extraktionsanlage die Komponenten bei ca. 140 °C und bei einem Druck von ca. 15 mbar innerhalb von 40 Minuten vollständig getrocknet werden. Eine weitere Trocknung im zwangsbelüfteten Wärmeschrank bei 210 °C ergibt keine Reduzierung der Masse.

Destillation

Die Rückgewinnung des Bindemittels aus dem Bindemittel-Lösemittelgemisch erfolgt wie in Kapitel 3.4.1, jedoch entfällt das schubweise Nachfüllen in den Verdampfungskolben, da sich die gesamte Menge des Gemisches bereits im Verdampfungskolben befindet.

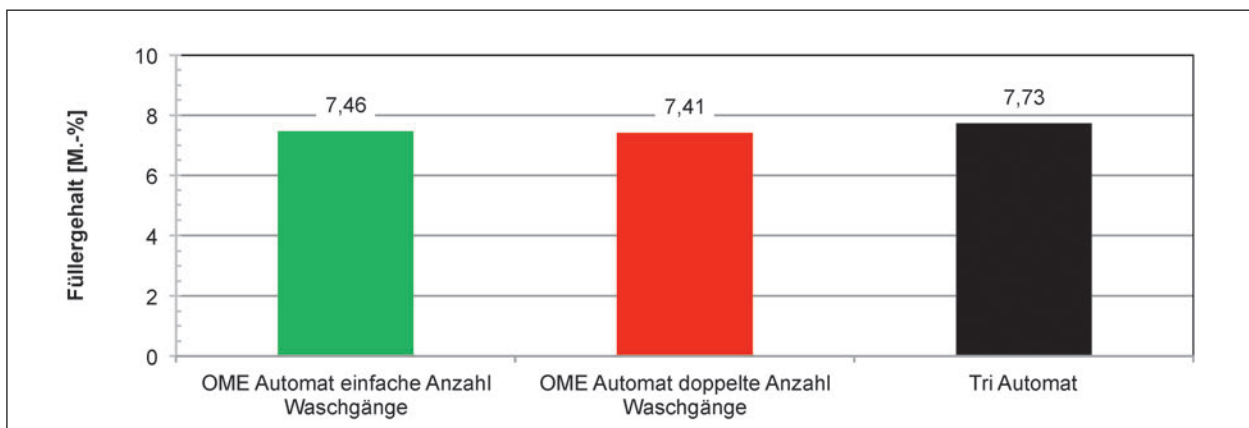


Bild 28: Füllergehalt für AC 11 D S nach automatischer Extraktion (Automat) mit OME und Tri als Lösemittel

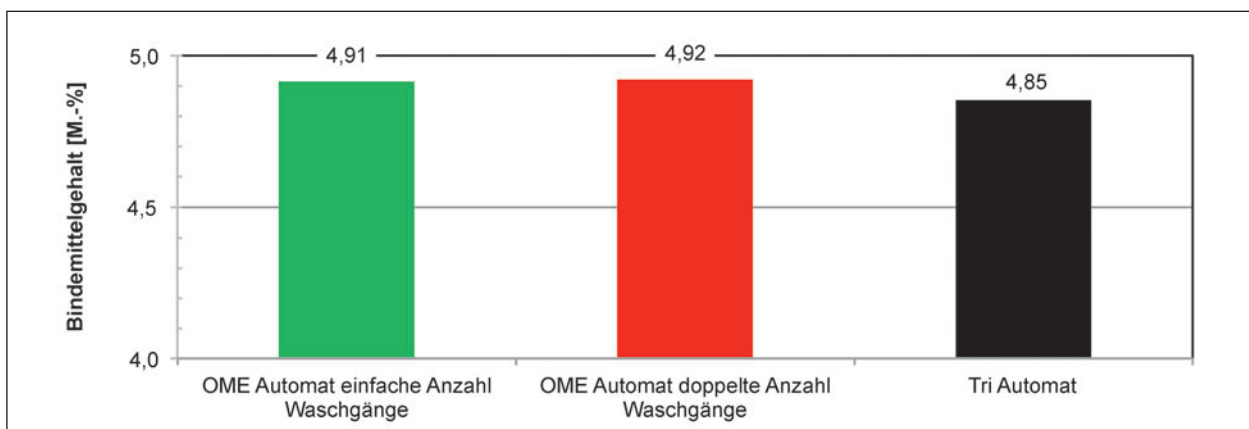


Bild 29: Bindemittelgehalt nach Rückgewinnungsverfahren für AC 11 D S nach automatischer Extraktion (Automat) mit OME und Tri als Lösemittel

3.5.2 Optimierte Verfahrensparameter

In Tabelle 11 sind die optimierten Geräteparameter der verwendeten Extraktionsanlage für die automatisierte Extraktion mit OME als Lösemittel aufgeführt. Es wird differenziert nach Parametern für Walzasphaltmischgut (Standard) und Gussasphalt.

Die Teilschritte für die Extraktion und Rückgewinnung von Bitumen aus Asphaltmischgut sind in Tabelle 12 angegeben. Die Vorgaben sind so gereiht, dass sie als Ablaufplan zu verwenden sind.

P.-Nr.	Parameter	Einheit	Standard	Gussasphalt
702	Wg(Löse) Flutzeit	sec	40	40
703	Wg(Löse) Zeit Ultraschall ein	Min	10	10
712	Wg(Aufh) Flutzeit	sec	40	40
713	Wg(Norm) Zeit Ultraschall ein	Min	10	10
722	Wg(Norm) Flutzeit	sec	90	90
743	Wartezeit zwischen den WGs	sec	20	20
1004	Zugabezeit LM	sec	8	10
1801	Trockenzeit	Min	60	40
1901	Dauer Frischluftblasen	Min	5	5
3003	Differenz (T_Sumpfboben-T_Sumpf_unten) > = 3003 für Wechsel von Aktiv --> Ber	°C	5	5
3601	Entnahme Wartezeit	sec	20	20
3604	Autom. Entnahmezeit	sec	270	270
3607	Nach Entrn. Spülen Pause	sec	10	10
3608	Entnahmedruck (X<100 = AUS)	hPa	300	300
3610	Altwarenentnahme in Trocken+FriBlasen aktivieren	01	0	0
5001	1. Programmschritt	-	1xLWg	5xLWg
5002	2. Programmschritt	-	5xSpl	5xLWg
5003	3. Programmschritt	-	1xLWg	5xSpl
5004	4. Programmschritt	-	5xSpl	5xSpl
5005	5. Programmschritt	-	1xLWg	5xLWg
5006	6. Programmschritt	-	5xSpl	5xSpl
5007	7. Programmschritt	-	1xLWg	5xWg
5008	8. Programmschritt	-	5xSpl	5xSpl
5009	9. Programmschritt	-	1xAWg	2xAWg
9402	Standard Temperatur Zentrifuge	°C	140	140

Tab. 11: Optimierte Parameter für die automatisierte Extraktion mit OME als Lösemittel

a)	Vorbereitung der Extraktion
1	Bestimmen der Masse der leeren Waschtrommel
2	Einbringen der kalten Asphaltprobe in die Waschtrommel
3	Bestimmen der Masse der gefüllten Waschtrommel
4	Verschließen der Waschtrommel mit Deckel und Einbringen in das Extraktionsgerät
5	Bestimmen der Masse des leeren Zentrifugenbechers
6	Einbringen des Zentrifugenbechers in das Extraktionsgerät
7	Bestimmen der Masse des trockenen heißen Verdampfungskolben
8	Anhängen des Verdampfungskolben an das Extraktionsgerät
9	Bestimmen der Masse der leeren Auffangschale für Gesteinskörnungen
10	Starten der Extraktion (Dauer: ca. 2:15 h)
b)	Vorgaben für die Probenentnahme
1	Überführen des Bindemittel-Lösemittel-Gemischs in den Verdampfungskolben (Vorgang wiederholen, bis klares Lösemittel in den Kolben gelangt und der Boden des Destillationsraum sauber ist)
2	Überführen der Gesteinskörnungen aus der Siebtrommel in die Auffangschale und Abkühlen der Gesteinskörnungen
3	Bestimmen der Masse der vollen Auffangschale
4	Entnehmen und Wiegen des abgekühlten Zentrifugenbechers
5	Entnehmen des verbleibenden Füllers aus Waschkammer und Zugabe in Zentrifugenbecher (z. B. durch Ausbürsten)
6	Erneute Bestimmung der Masse des Zentrifugenbechers
c)	Vorgaben für die Destillation
1	Kolben an Rotationsverdampfer anhängen
2	Druck stufenweise auf 20 mbar verringern
3	Kolben in das auf $110 \pm 5^\circ\text{C}$ temperierte Ölbad absenken
4	Lösemittel ca. 20-30 min abdestillieren (bis keine wesentlichen Mengen mehr übergehen)
5	Druck stufenweise auf 5 ± 1 mbar verringern
6	Ölbadtemperatur auf $160 \pm 5^\circ\text{C}$ erhöhen
7	Nach Erreichen von 160°C Zustand für 11 ± 1 min halten
8	Druck stufenweise auf Atmosphärendruck erhöhen
9	Kolben abhängen, von außen reinigen und Bestimmen der Masse
d)	Prüfungen an rückgewonnenen Materialien
1	Am rückgewonnenen Bitumen können infolge Eigenschaften bestimmt werden
2	Die Korngrößenverteilung der rückgewonnenen Gesteinskörnung (ohne ausgewaschenen Fülleranteil) ist gemäß TP Asphalt-StB Teil 2 zu bestimmen.

Tab. 12: Vorgaben für die Extraktion und Rückgewinnung von Bindemittel aus Asphaltmischgut mit OME als Lösemittel

4 Ergebnisse

4.1 Chemische Untersuchungen

4.1.1 Flüchtige Bestandteile des Lösemittels und der Bindemittel

Im Rahmen des Forschungsprojekts sollte u. a. geklärt werden:

- die Zusammensetzung des Lösemittels,
- ob Lösemittelrückstände nach der Destillation im Bitumen verbleiben und

- ob die Lösemittelzusammensetzung nach mehrfacher Destillation verändert ist.

Die Analyse flüchtiger Bestandteile im Lösemittel und im Bindemittel erfolgt unter Anwendung der Gaschromatographie mit Massenspektrometrie-Kopplung. Dazu werden die zu untersuchenden Materialien in Toluol gelöst und in einer kapillarartigen Röhre (Trennsäule) getrennt. Aufgrund der charakteristischen Mobilität einzelner Komponenten werden anhand des Zeitpunktes nach Durchlauf der Trennsäule einzelne Verbindungen identifiziert.

Folgende Materialien werden analysiert:

- Blindprobe Toluol (Referenz),
- frisches Straßenbaubitumen 50/70 in Toluol gelöst (frisches Bitumen),
- frisches Lösemittel OME in Toluol gelöst (frisches OME),
- Lösemittel OME, welches einmal für die Binde-mittel-extraktion verwendet und anschließend destilliert wurde, in Toluol gelöst (1x destilliertes OME),
- Lösemittel OME, welches zehnmal für die Binde-mittel-extraktion verwendet und anschließend destilliert wurde, in Toluol gelöst (10x destilliertes OME),
- Straßenbaubitumen 50/70, mit Tri extrahiert aus AC 11 D S, in Toluol gelöst (mit Tri extrahiertes Bitumen),
- Straßenbaubitumen 50/70, mit OME extrahiert aus AC 11 D S, in Toluol gelöst (mit OME extrahiertes Bitumen).

Die Ergebnisse der Analysen sind in den Bildern 30 bis 36 dargestellt.

Eine Differenzierung der Lösemittelbestandteile im frischen Zustand bzw. nach Destillation lässt keine Unterschiede erkennen. Daher erfolgt zusätzlich der Vergleich nach Analyse mittels Gaschromatographie mit Flammenionisationsdetektor.

Als Ergebnis dieser Analysen ist festzuhalten:

- Im frischen Bitumen sind keine leichtflüchtigen Substanzen nachweisbar (Bild 30).
- Neben dem Hauptprodukt OME werden in sehr kleinen Mengen weitere Stoffe gefunden und bestimmt (Bild 31). Diese sind im wesentlichen:
 - Octansäuremethylester (111-11-5),
 - Methylisoamylketon (110-12-3),
 - Decansäuremethylester (110-42-9),
 - Methylpalmitat (112-39-0),
 - Methylheptylketon (821-55-6),
 - Methyldecanoat (110-42-9),
 - Octansäureethylester (106-32-1),
 - Benzoesäuremethylester (93-58-3),
 - Benzoylameisensäuremethylester (15206-55-0).

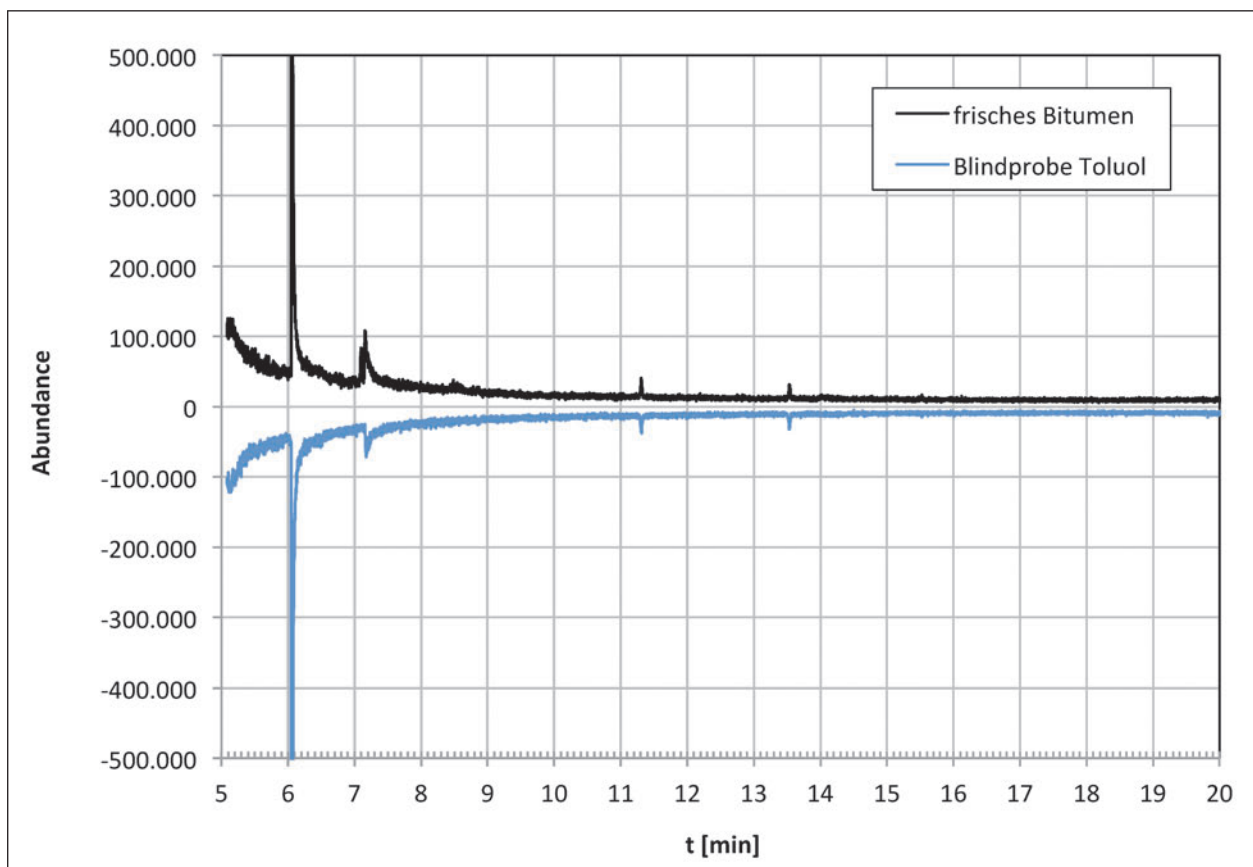


Bild 30: GCMS-Chromatogramme von frischem Bitumen und reinem Toluol (nur Toluol nachweisbar)

- Soweit diese Stoffe identifiziert sind, ist eine gesundheitliche Gefährdung durch diese Stoffe aufgrund ihrer geringen Konzentrationen und damit geringen Aufnahmemengen in den Körper sehr unwahrscheinlich.
- Sowohl im frischen, als auch im mit Tri extrahierten Bitumen sind keine flüchtigen Stoffe nachweisbar (Bild 32).

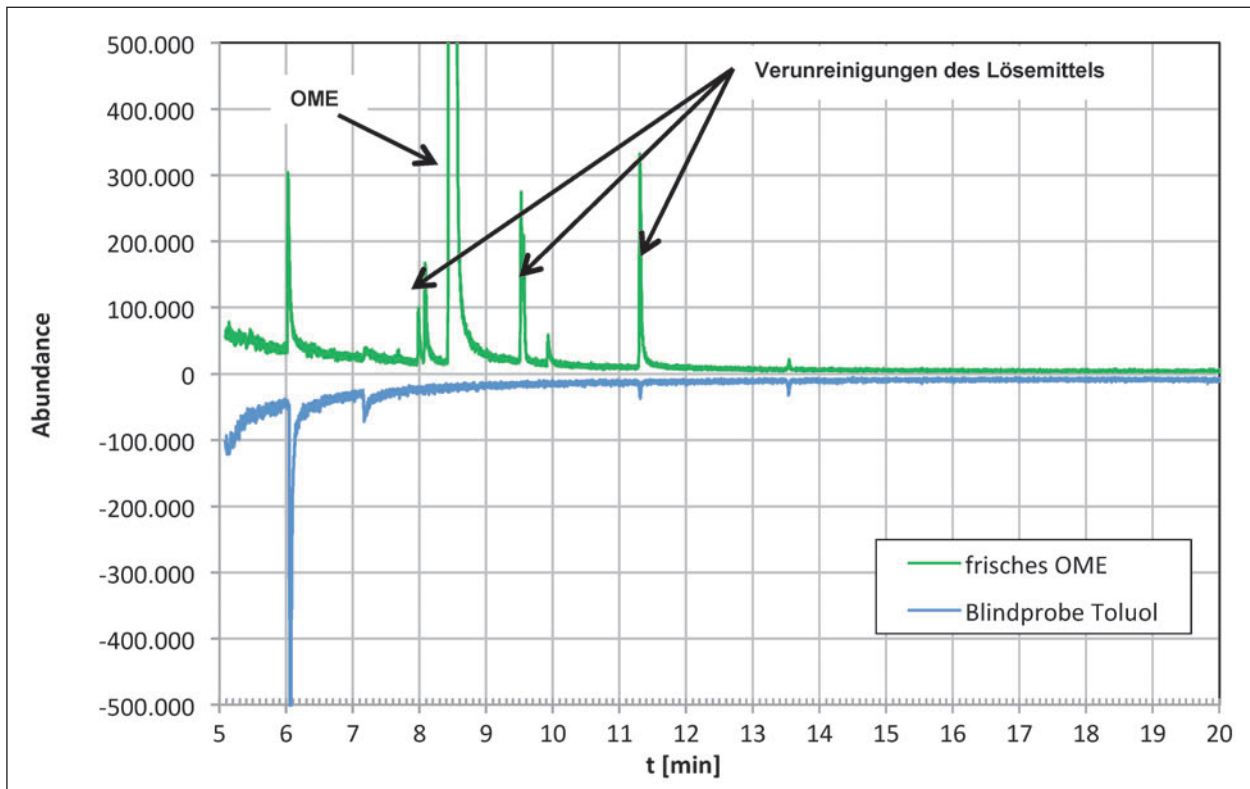


Bild 31: GCMS-Chromatogramme von frischem OME und reinem Toluol

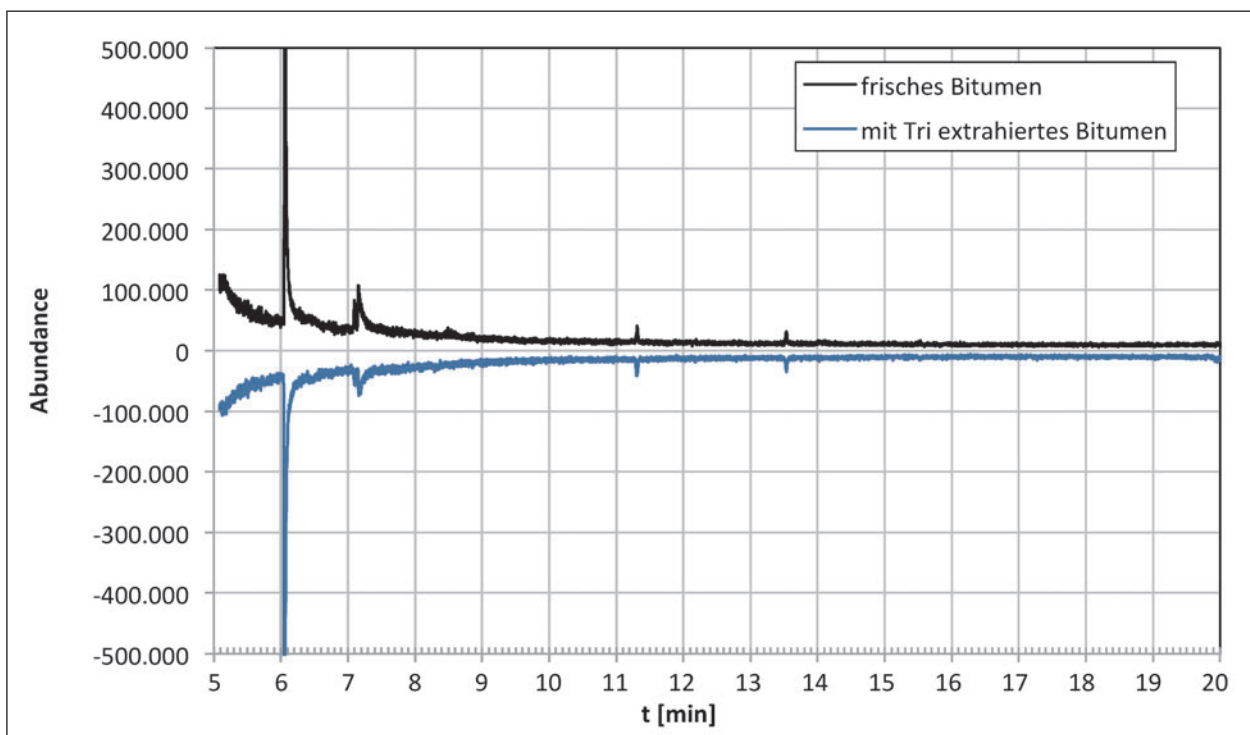


Bild 32: GCMS-Chromatogramme von frischem und mit Tri extrahiertem Bitumen (nur Toluol nachweisbar)

- Gegenüber dem frischen Bitumen sind nach Extraktion mit OME flüchtige Bestandteile im Bitumen nachweisbar (Bild 33).
- Im mit OME extrahierten Bitumen sind Rückstände des Lösemittels nachweisbar (Bild 34). Die Stoffe sind im wesentlichen:
 - Octansäuremethylester (111-11-5),
 - Methylpalmitat (112-39-0).

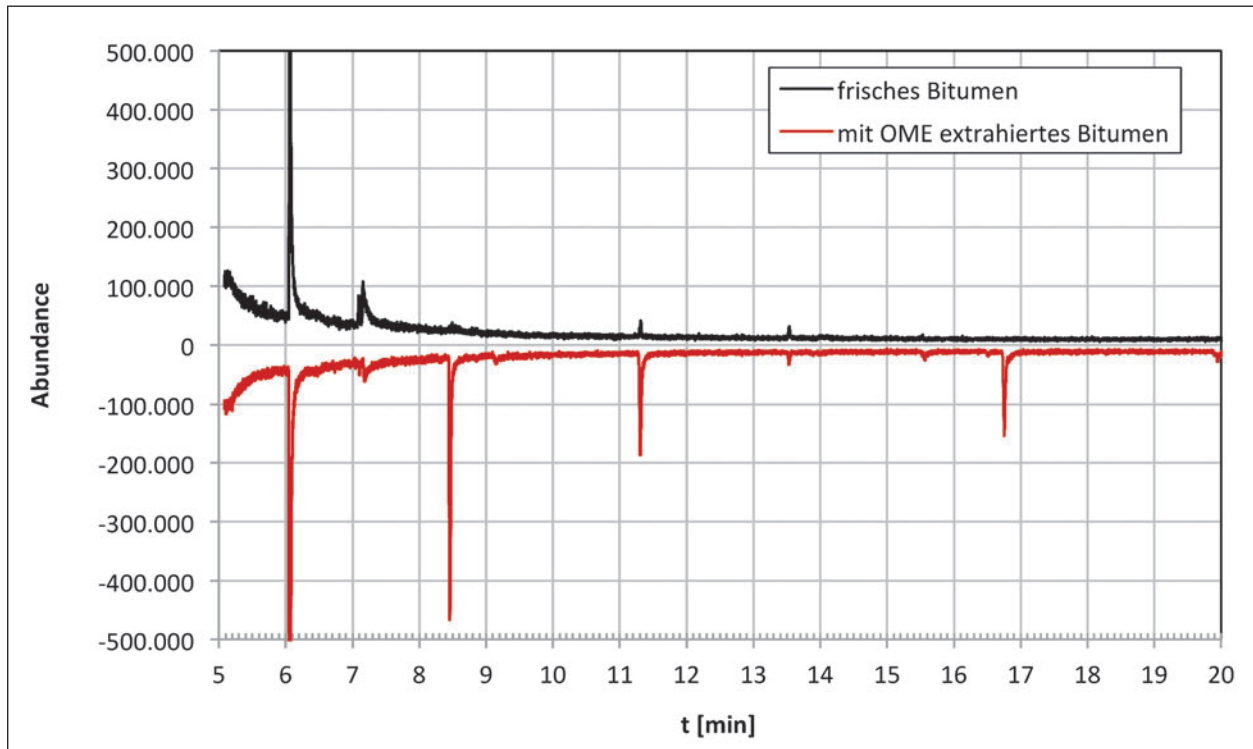


Bild 33: GCMS-Chromatogramme von frischem und mit OME extrahiertem Bitumen

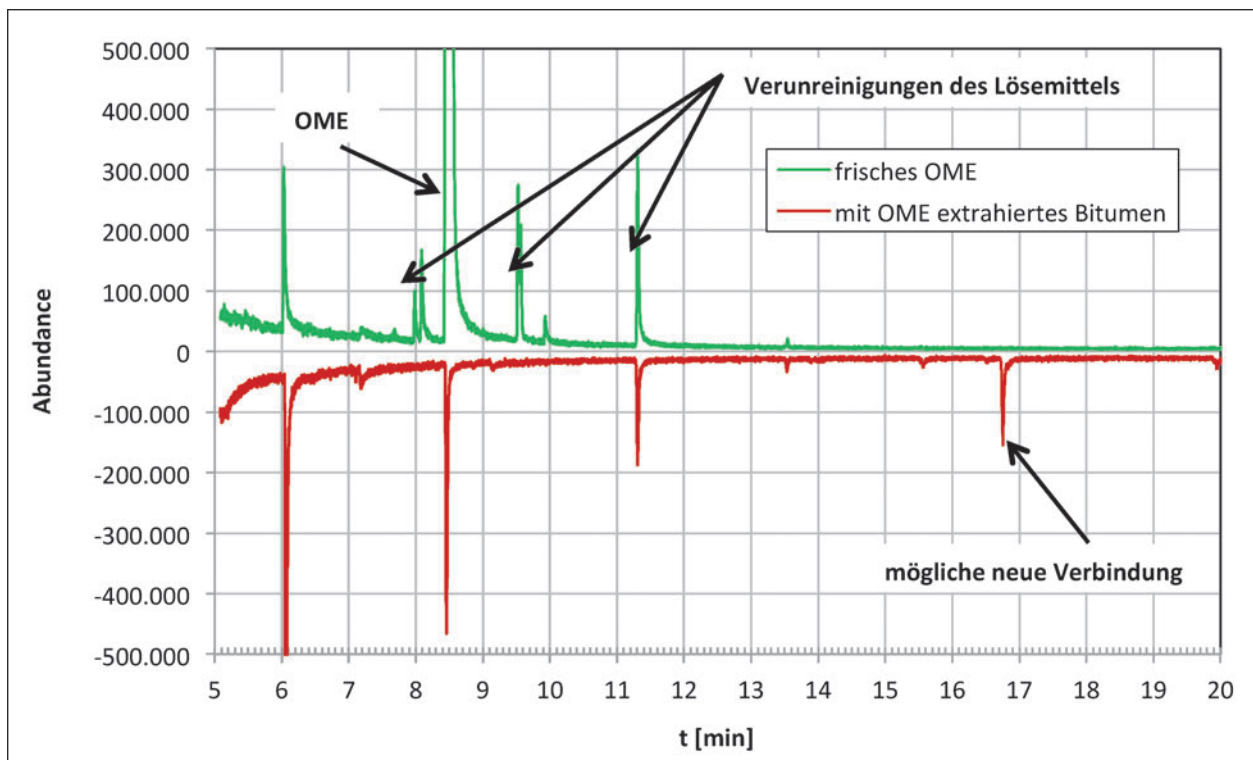


Bild 34: GCMS-Chromatogramme von frischem OME und mit OME extrahiertem Bitumen

- Verunreinigungen im Lösemittel OME sind nach Anwendung zur Extraktion und anschließender Destillation weitestgehend im rückgewonnenem Lösemittel wiederzufinden. Unterschiede zwischen frischem und 10-fach angewendetem Lösemittel wurden mittels GCMS-Analyse nicht

festgestellt. Die zusätzlich durchgeführte FID-Analyse deutet darauf hin, dass möglicherweise sehr geringe Bestandteile der Verunreinigungen im Lösemittel im Bitumen verbleiben und im 10-fach angewendeten Lösemittel nicht mehr vorhanden sind (Bild 36).

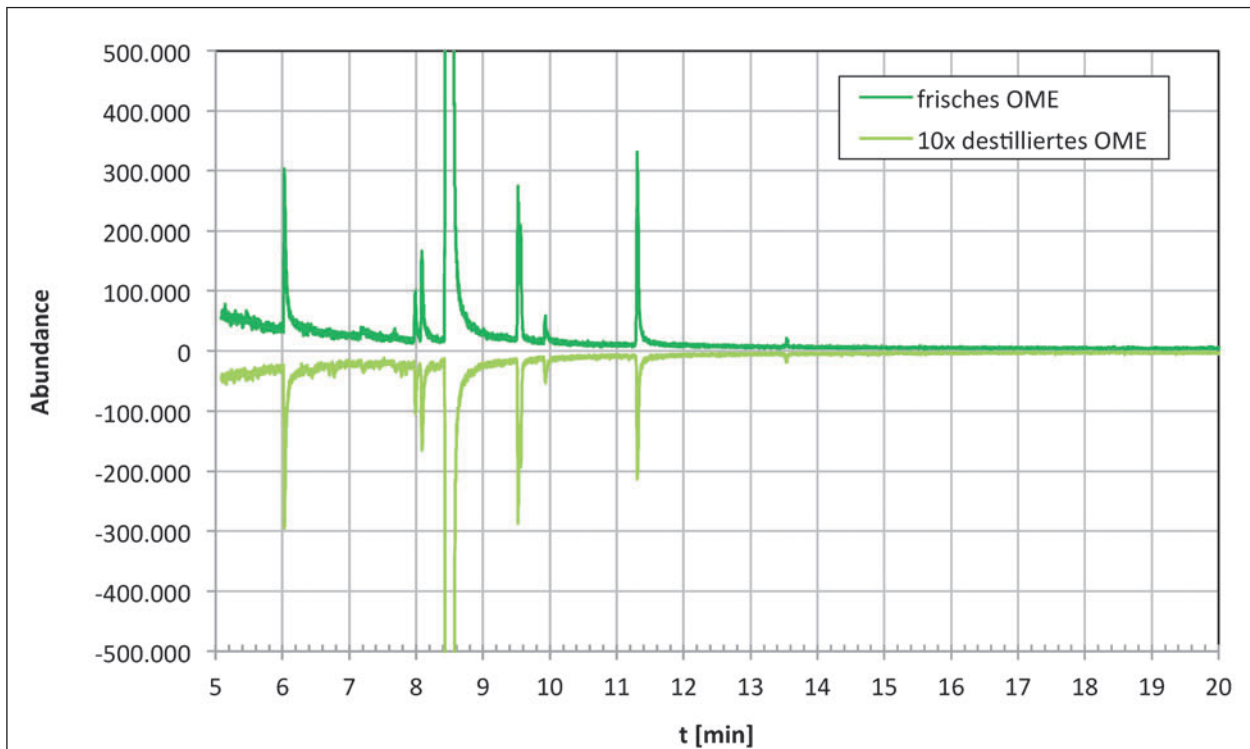


Bild 35: GCMS-Chromatogramme von frischem und 10x destilliertem OME

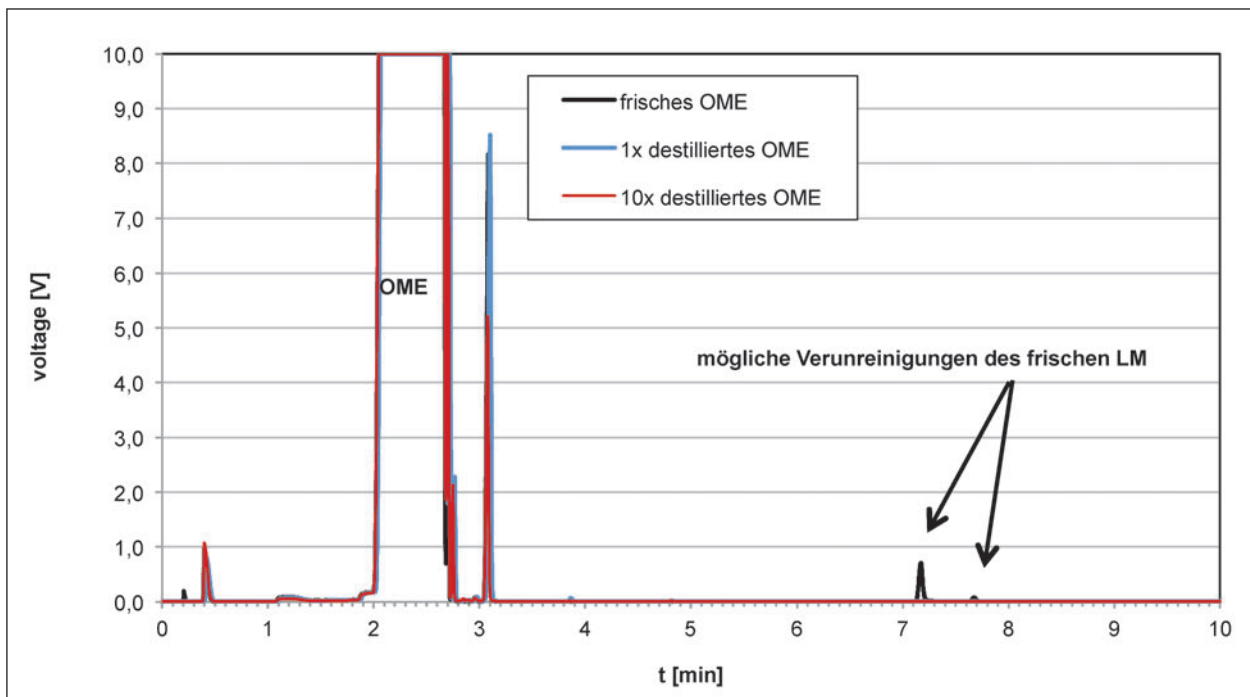


Bild 36: FID-Chromatogramme vom frischen, 1x destilliertem und 10x destilliertem OME

4.1.2 Emission der Raumluft

Weitere gaschromatografische Messungen sollen zeigen, inwiefern durch die Verwendung von OME bei der automatischen Extraktion die Raumluft verändert wird. Dazu wurden nach ca. 6 monatiger Anwendung von OME im Extraktionsbereich des ISBS-Labors folgende drei Messungen mit einer mobilen GC-MS Anlage durchgeführt:

- Raumluftmessung der Umgebungsluft im normalen Arbeitsbereich, außerhalb der Laborabzüge (Bild 37),
- Raumluftmessung im normalen Arbeitsbereich, außerhalb der Laborabzüge, ca. 30 cm oberhalb einer mit kaltem OME gefüllten Mensur (Bild 38),

- Raumluftmessung im normalen Arbeitsbereich, außerhalb der Laborabzüge, an der Öffnung des Verdampfungskolbens nach abgeschlossener Destillation (Bild 39).

Als Ergebnis dieser Analysen ist festzuhalten:

- Im normalen Arbeitsbereich der Extraktion wurde vor allem Trichlorethen (Größenordnung 1 ppm) sowie Spuren von Benzol, Toluol, Limonen und OME gefunden.
- Oberhalb der mit OME gefüllten Mensur wurden die gleichen Substanzen wie im normalen Arbeitsbereich gefunden, jedoch eine 2- bis 3-fach höhere Menge an OME.

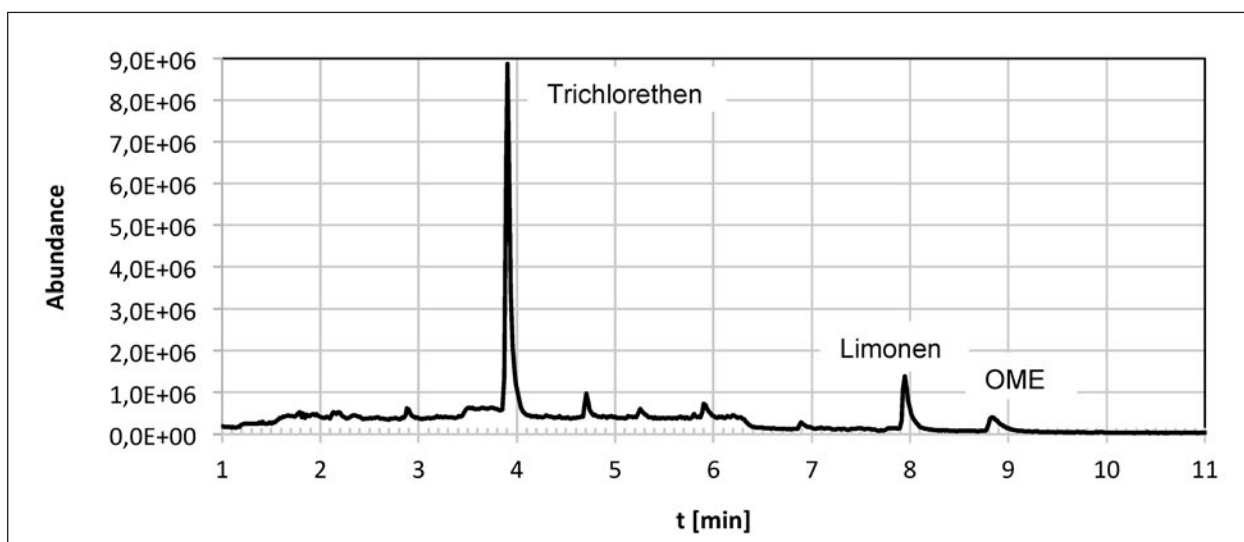


Bild 37: GCMS-Chromatogramm für Raumluftmessung der Umgebungsluft im normalen Arbeitsbereich

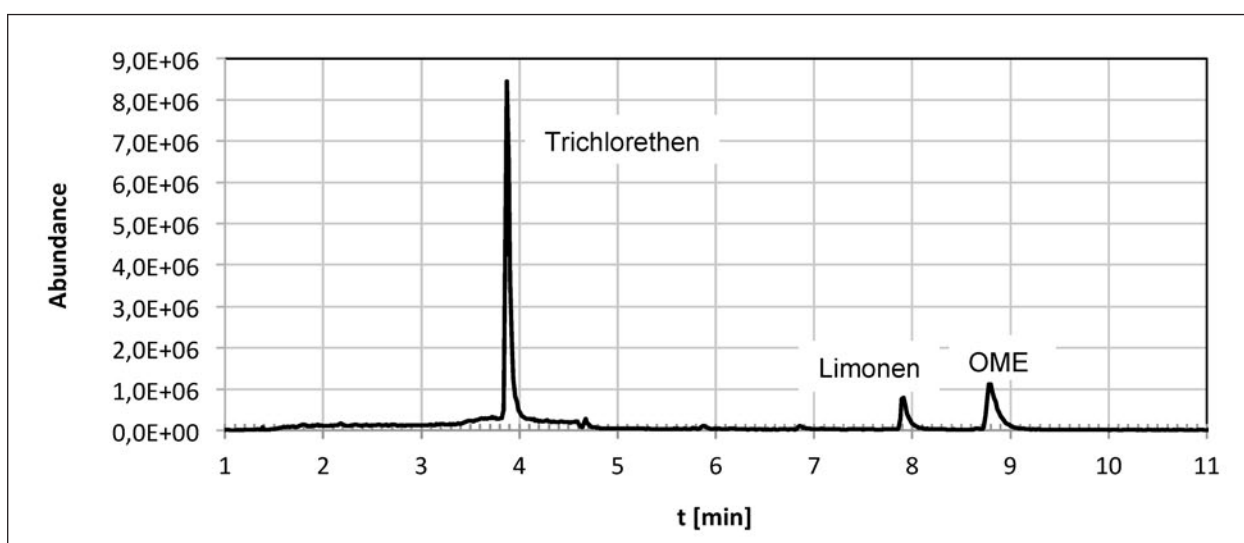


Bild 38: GCMS-Chromatogramm für Raumluftmessung der Umgebungsluft im normalen Arbeitsbereich 30 cm oberhalb einer mit OME gefüllten Mensur

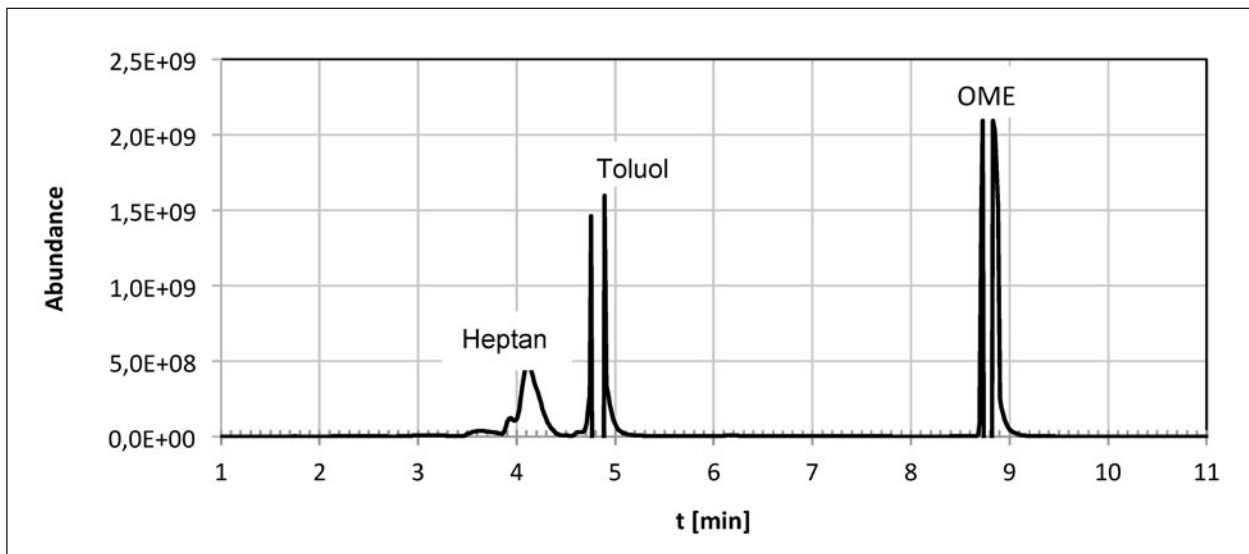


Bild 39: GCMS-Chromatogramm für Raumluftmessung der Umgebungsluft im normalen Arbeitsbereich oberhalb des Verdampfungskolbens nach abgeschlossener Destillation

- Bei der Messung der Raumlufte oberhalb des Verdampfungskolbens wurde die Kapazität des Analysesystems mehr als deutlich überschritten. Erkennbar ist jedoch, dass die Gase neben dem erwarteten OME viel Toluol enthalten, außerdem in deutlich geringerem Maße Heptan, Hepten und Benzol.

4.2 Reihenuntersuchungen an Asphaltmischgut

Während der Untersuchungen stellte sich heraus, dass die Heißextraktion mit OME als Lösemittel aufgrund der notwendigen hohen Temperaturen ein erhebliches Sicherheitsrisiko darstellt. Die Analysen mussten während der Bearbeitung eingestellt werden, weshalb nicht für alle Varianten Ergebnisse für das Verfahren „OME Heiß“ vorliegen. Sofern Ergebnisse der Mischgutanalysen vorliegen, sind diese angegeben.

Nachfolgend sind die Ergebnisse der Untersuchungen zu den einzelnen Mischgutvarianten ohne weitere Kommentierung dargestellt, die Bewertung der Untersuchungsergebnisse erfolgt in Kapitel 5.

Offenporiger Asphalt für Asphaltdeckschichten der Sorte PA 8 mit polymermodifiziertem Bitumen 40/100-65 A (V5)

Erhobene Kenndaten aus durchgeführten Mischgutanalysen sind in den Diagrammen 40 bis 43 dargestellt.

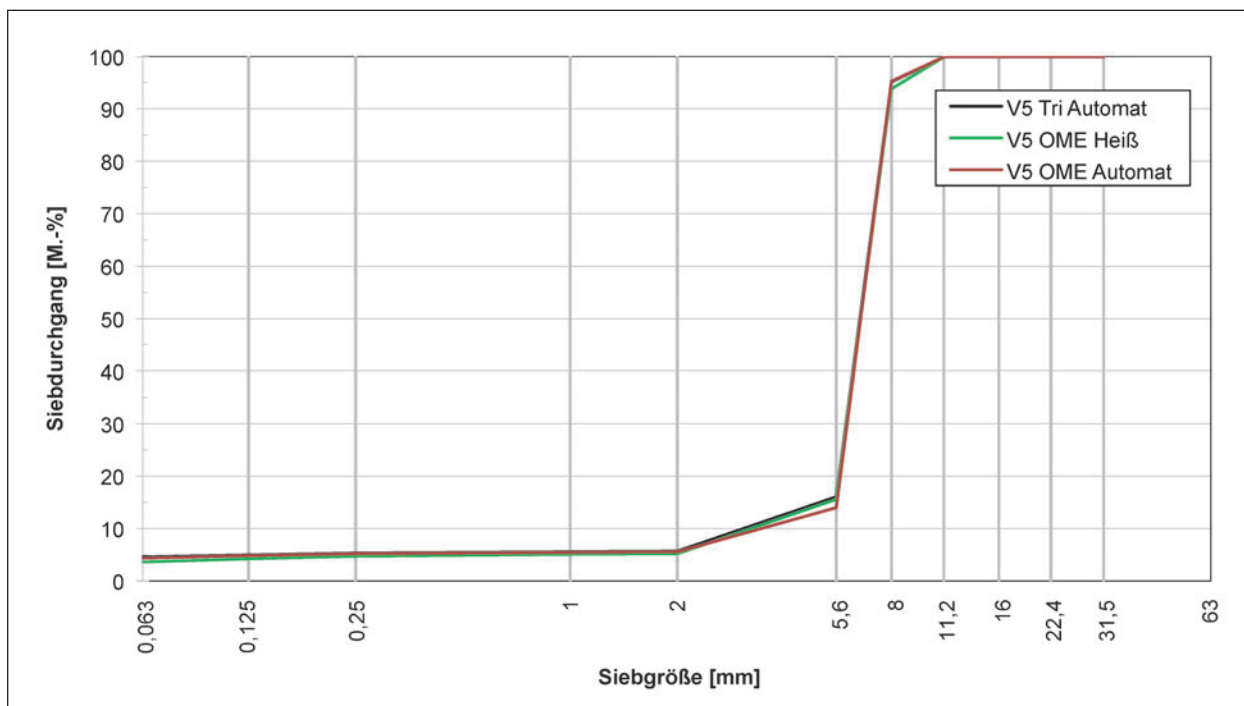


Bild 40: Sieblinien für PA 8 mit polymermodifiziertem Bitumen 40/100-65 A, ermittelt nach Extraktion mittels Tri und OME

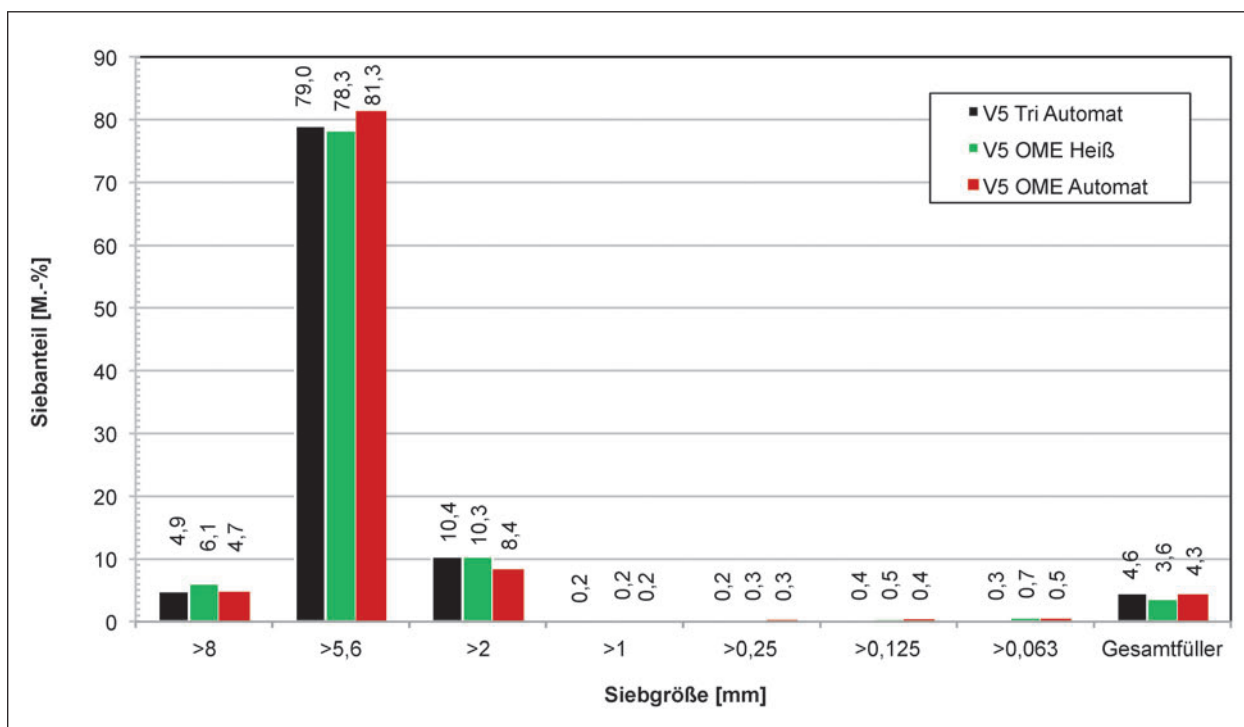


Bild 41: Verteilung der Korngrößen für PA 8 mit polymermodifiziertem Bitumen 40/100-65 A, ermittelt nach Extraktion mittels Tri und OME

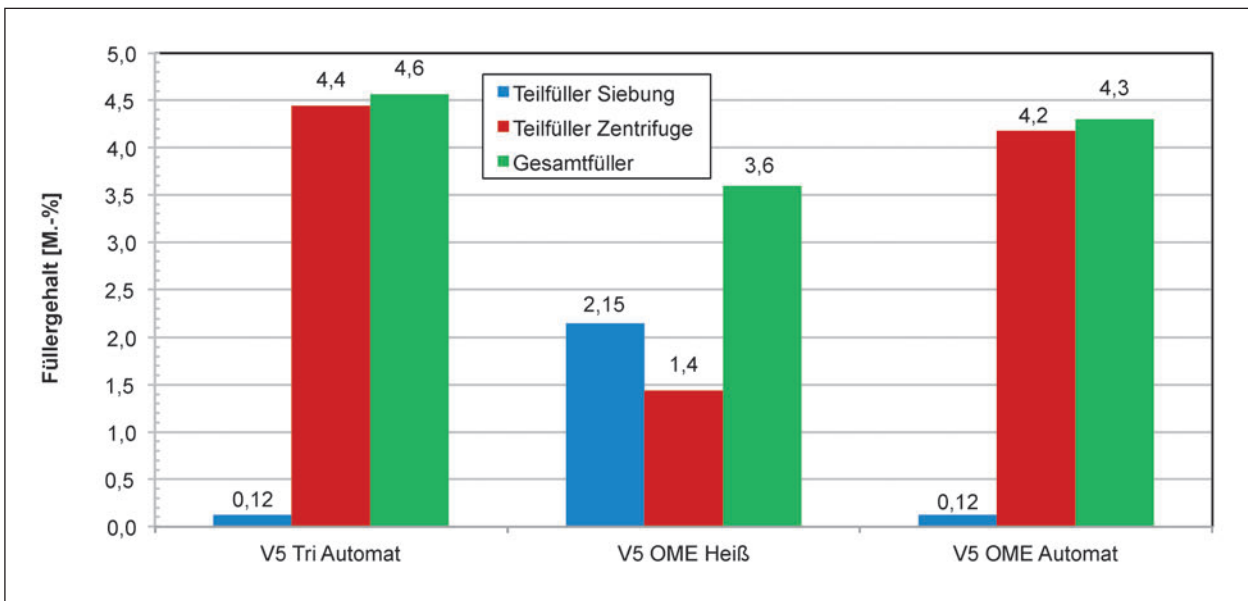


Bild 42: Fülleranteile und resultierender Füllergehalt für PA 8 mit polymermodifiziertem Bitumen 40/100-65 A, ermittelt nach Extraktion mittels Tri und OME

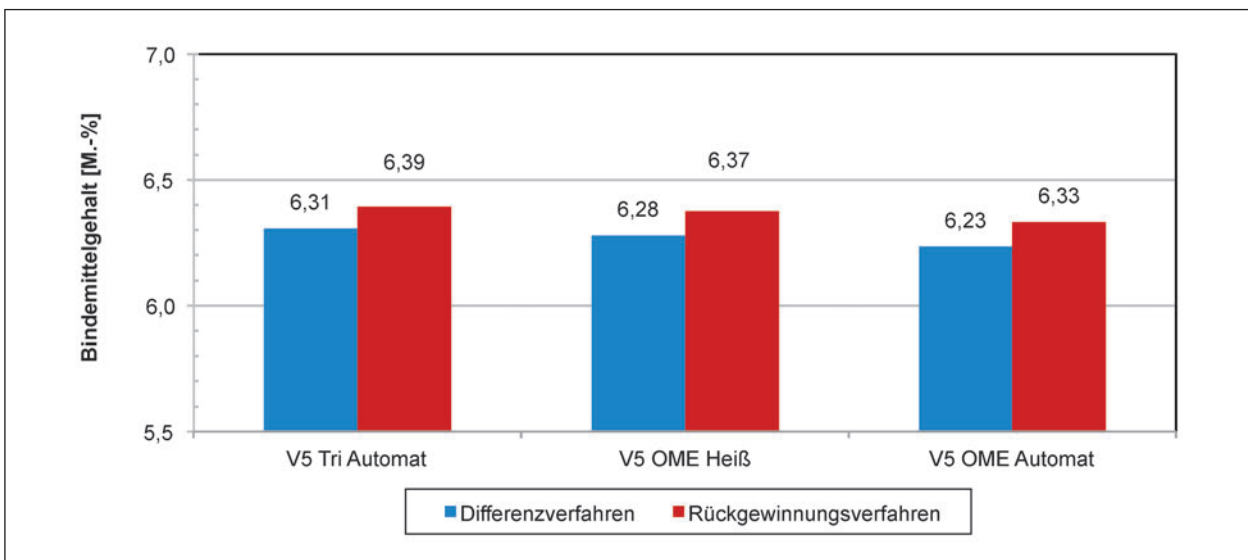


Bild 43: Bindemittelgehalt nach Differenzverfahren und nach Rückgewinnungsverfahren für PA 8 mit polymermodifiziertem Bitumen 40/100-65 A, ermittelt nach Extraktion mittels Tri und OME

PA 8, 40/100-65 A		mit Tri als Lösemittel					mit OME als Lösemittel				
		MW	s	v [-]	d	da	MW	s	v [-]	d	da
Korngrößen- verteilung, Siebdurchgang [M.-%]	Fülleranteil < 0,063 mm	4,57	0,09	0,02	0,24	0,37	4,32	0,09	0,02	0,19	0,34
	Kornanteil < 0,125 mm	4,90	0,08	0,02	0,20	0,32	4,79	0,10	0,02	0,22	0,39
	Gesteinskörnung 0,063 bis 2 mm	1,16	0,09	0,08	0,23	0,35	1,29	0,05	0,04	0,13	0,20
	Gesteinskörnung > 2 mm, D ≤ 16 mm	94,28	0,10	0,00	0,26	0,39	94,39	0,13	0,00	0,28	0,49
	Gesteinskörnung > 2 mm, D > 16 mm	94,28	0,10	0,00	0,26	0,39	94,39	0,13	0,00	0,28	0,49
	Grobkornanteil > 5,6 mm bei SMA 11 S	83,88	0,66	0,01	1,67	2,54	85,92	0,85	0,01	2,32	3,28
	löslicher BM-Gehalt [M.-%]	Differenzverf.	6,31	0,19	0,03	0,45	0,72	6,20	0,26	0,04	0,63
Rückgewinnungsverf.		6,39	0,13	0,02	0,32	0,49	6,32	0,09	0,01	0,22	0,35

Tab. 13: PA 8 mit polymermodifiziertem Bitumen 40/100-65 A: Ergebnis der Mischgutanalyse

PA 8, 40/100-65 A		einfacher Vergleich			
		Varianzen	Mittelwerte		
			$\sigma_1 = \sigma_{a(\text{Tri})}$	$\sigma_1 = \sigma_r$	$\sigma_1 = \sigma_R$
Korngrößenverteilung, Siebdurchgang	Fülleranteil < 0,063 mm	gleich	nicht gleich	nicht gleich	gleich
	Kornanteil < 0,125 mm	gleich	gleich	gleich	gleich
	Gesteinskörnung 0,063 bis 2 mm	gleich	nicht gleich	gleich	gleich
	Gesteinskörnung > 2 mm, D ≤ 16 mm	gleich	gleich	gleich	gleich
	Gesteinskörnung > 2 mm, D > 16 mm	gleich	gleich	gleich	gleich
	Grobkornanteil	gleich	nicht gleich	gleich	gleich
	> 5,6 mm bei SMA 11 S				
löslicher BM-Gehalt	Differenzverf.	gleich	gleich	gleich	gleich
	Rückgewinnungsverf.	gleich	gleich	gleich	gleich

Tab. 14: PA 8 mit polymermodifiziertem Bitumen 40/100-65 A: Ergebnis der statistischen Auswertung

Spaltmastixasphalt für Asphaltdeckschichten der Sorte SMA 8 S mit polymermodifiziertem Bitumen 25/55-55 A (V9)

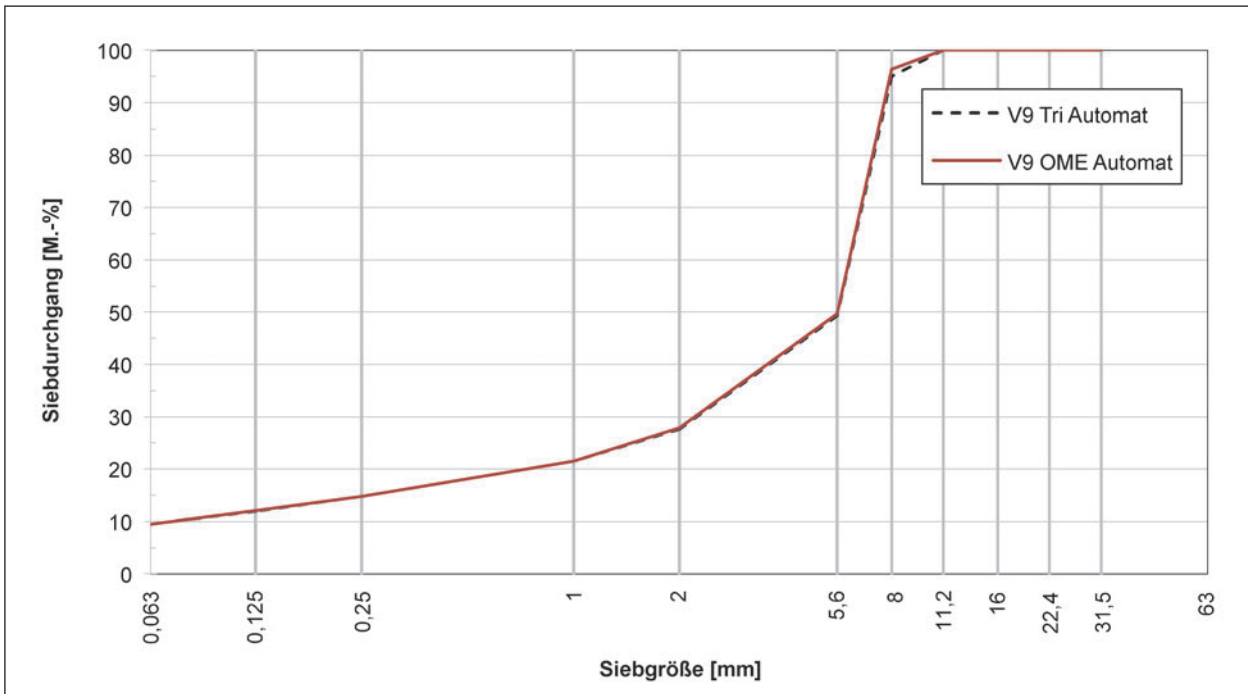


Bild 44: Sieblinien für SMA 8 S mit polymermodifiziertem Bitumen 25/55-55 A, ermittelt nach Extraktion mittels Tri und OME

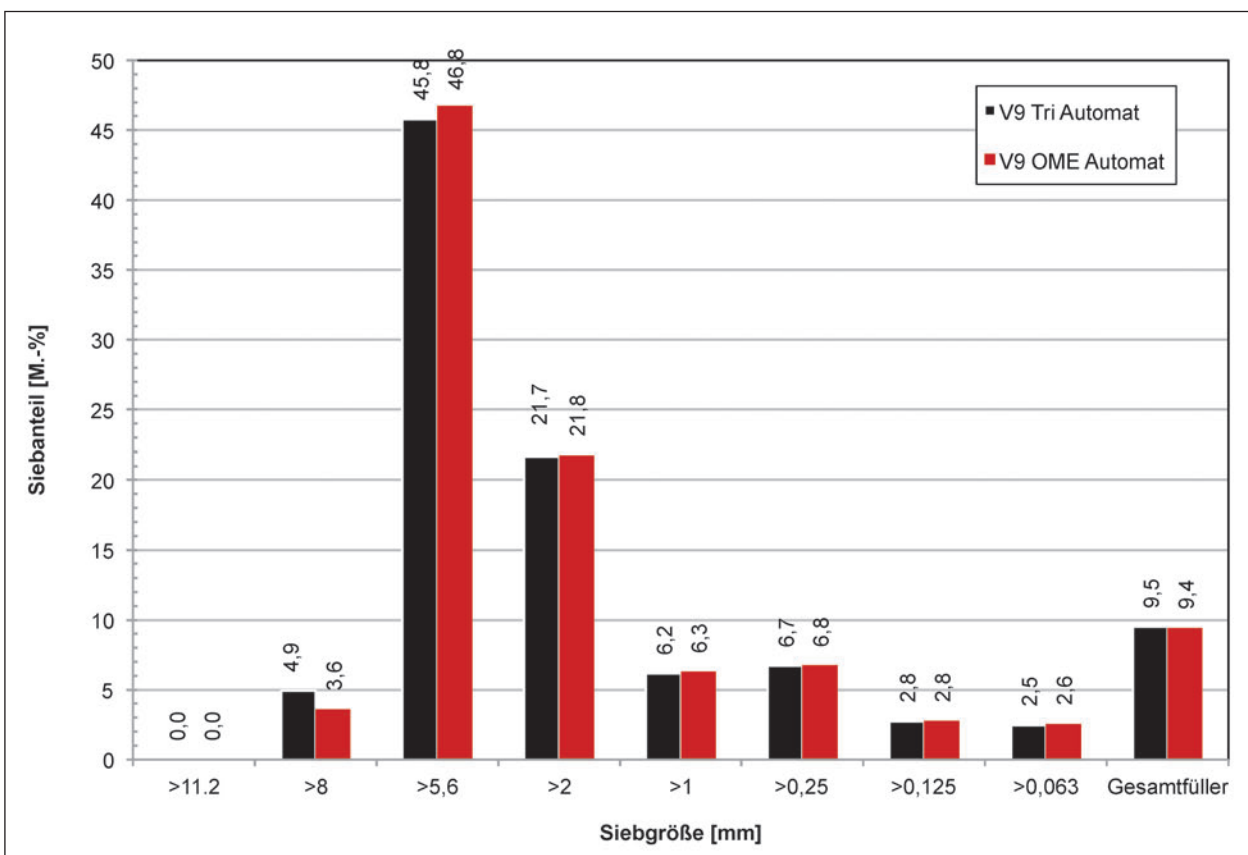


Bild 45: Verteilung der Korngrößen für SMA 8 S mit polymermodifiziertem Bitumen 25/55-55 A, ermittelt nach Extraktion mittels Tri und OME

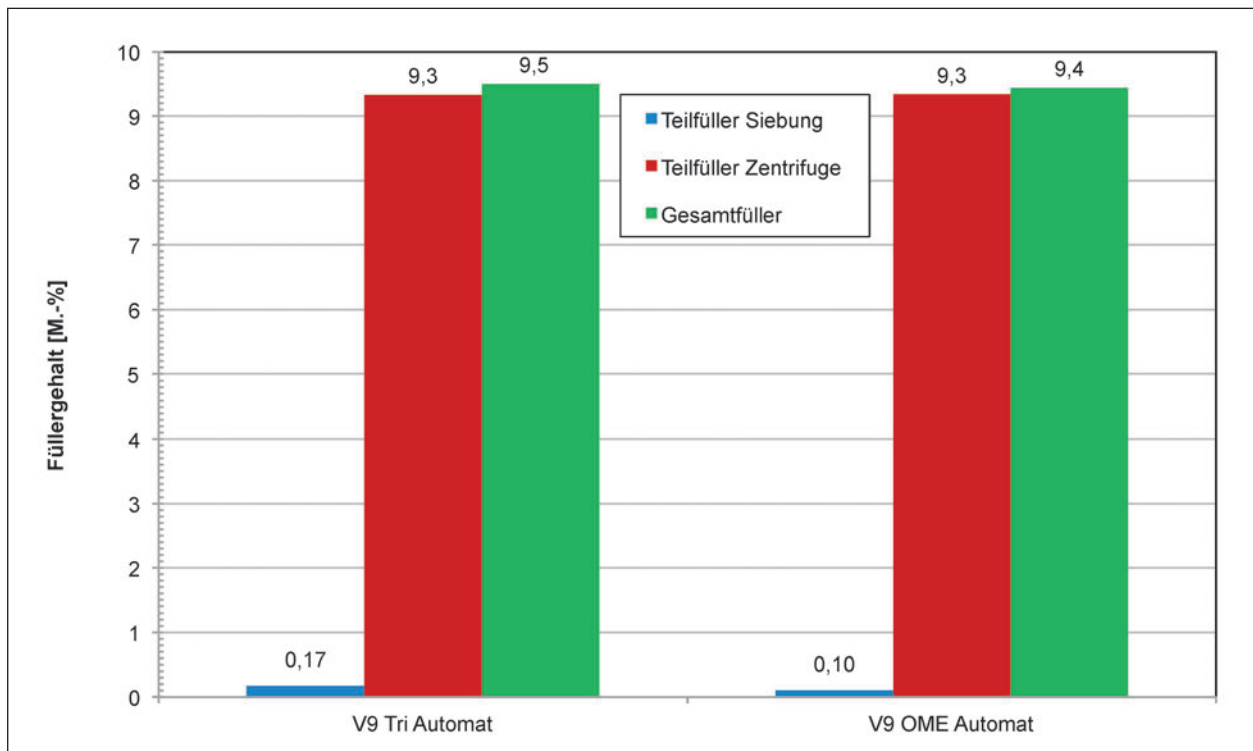


Bild 46: Fülleranteile und resultierender Füllergehalt für SMA 8 mit polymermodifiziertem Bitumen 25/55-55 A, ermittelt nach Extraktion mittels Tri und OME

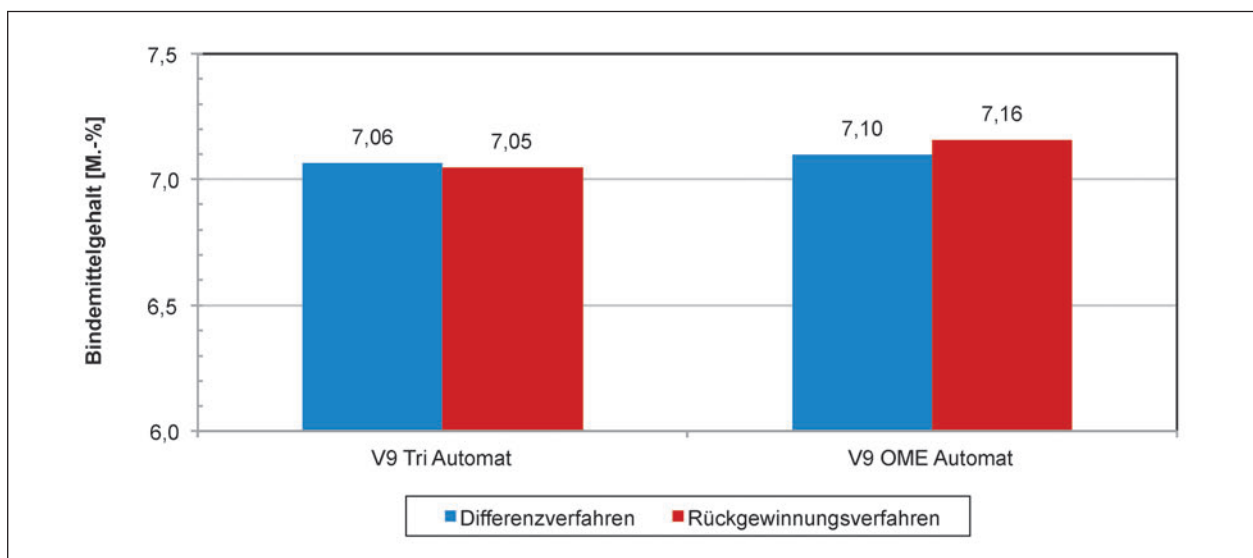


Bild 47: Bindemittelgehalt nach Differenzverfahren und nach Rückgewinnungsverfahren für SMA 8 mit polymermodifiziertem Bitumen 25/55-55 A, ermittelt nach Extraktion mittels Tri und OME

SMA 8 S, 25/55-55 A		mit Tri als Lösemittel					mit OME als Lösemittel				
		MW	s	v [-]	d	da	MW	s	v [-]	d	da
Korngrößen- verteilung, Siebdurchgang [M.-%]	Fülleranteil < 0,063 mm	9,50	0,33	0,03	0,74	1,26	9,44	0,08	0,01	0,20	0,30
	Kornanteil < 0,125 mm	11,98	0,09	0,01	0,25	0,35	12,01	0,10	0,01	0,24	0,39
	Gesteinskörnung 0,063 bis 2 mm	18,11	0,30	0,02	0,80	1,17	18,42	0,25	0,01	0,60	0,96
	Gesteinskörnung > 2 mm, D ≤ 16 mm	72,38	0,40	0,01	0,95	1,56	72,14	0,32	0,00	0,80	1,24
	Gesteinskörnung > 2 mm, D > 16 mm	72,38	0,40	0,01	0,95	1,56	72,14	0,32	0,00	0,80	1,24
	Grobkornanteil	50,73	0,46	0,01	1,16	1,79	50,38	1,29	0,03	3,21	4,97
	> 5,6 mm bei SMA 11 S	50,73	0,46	0,01	1,16	1,79	50,38	1,29	0,03	3,21	4,97
löslicher BM-Gehalt [M.-%]	Differenzverf.	7,06	0,10	0,01	0,21	0,39	7,10	0,07	0,01	0,20	0,28
	Rückgewinnungsverf.	7,05	0,12	0,02	0,28	0,48	7,16	0,05	0,01	0,15	0,20

Tab. 15: SMA 8 mit polymermodifiziertem Bitumen 25-55-55 A: Ergebnis der Mischgutanalyse

SMA 8 S, 25/55-55 A		einfacher Vergleich			
		Varianzen	Mittelwerte		
			$\sigma_1 = \sigma_{a(\text{Tri})}$	$\sigma_1 = \sigma_r$	$\sigma_1 = \sigma_R$
Korngrößenverteilung, Siebdurchgang	Fülleranteil < 0,063 mm	nicht gleich	gleich	gleich	gleich
	Kornanteil < 0,125 mm	gleich	gleich	gleich	gleich
	Gesteinskörnung 0,063 bis 2 mm	gleich	gleich	gleich	gleich
	Gesteinskörnung > 2 mm, D ≤ 16 mm	gleich	gleich	gleich	gleich
	Gesteinskörnung > 2 mm, D > 16 mm	gleich	gleich	gleich	gleich
	Grobkornanteil	gleich	gleich	gleich	gleich
	> 5,6 mm bei SMA 11 S	gleich	gleich	gleich	gleich
löslicher BM-Gehalt	Differenzverf.	gleich	gleich	gleich	gleich
	Rückgewinnungsverf.	gleich	gleich	nicht gleich	gleich

Tab. 16: SMA 8 S mit polymermodifiziertem Bitumen 25/55-55 A: Ergebnis der statistischen Auswertung

Asphaltbeton für Asphaltdeckschichten der Sorte AC 11 D S mit Straßenbaubitumen 50/70 (V4)

Erhobene Kenndaten aus durchgeführten Mischgutanalysen sind in den Diagrammen (Bilder 48 bis 51) dargestellt.

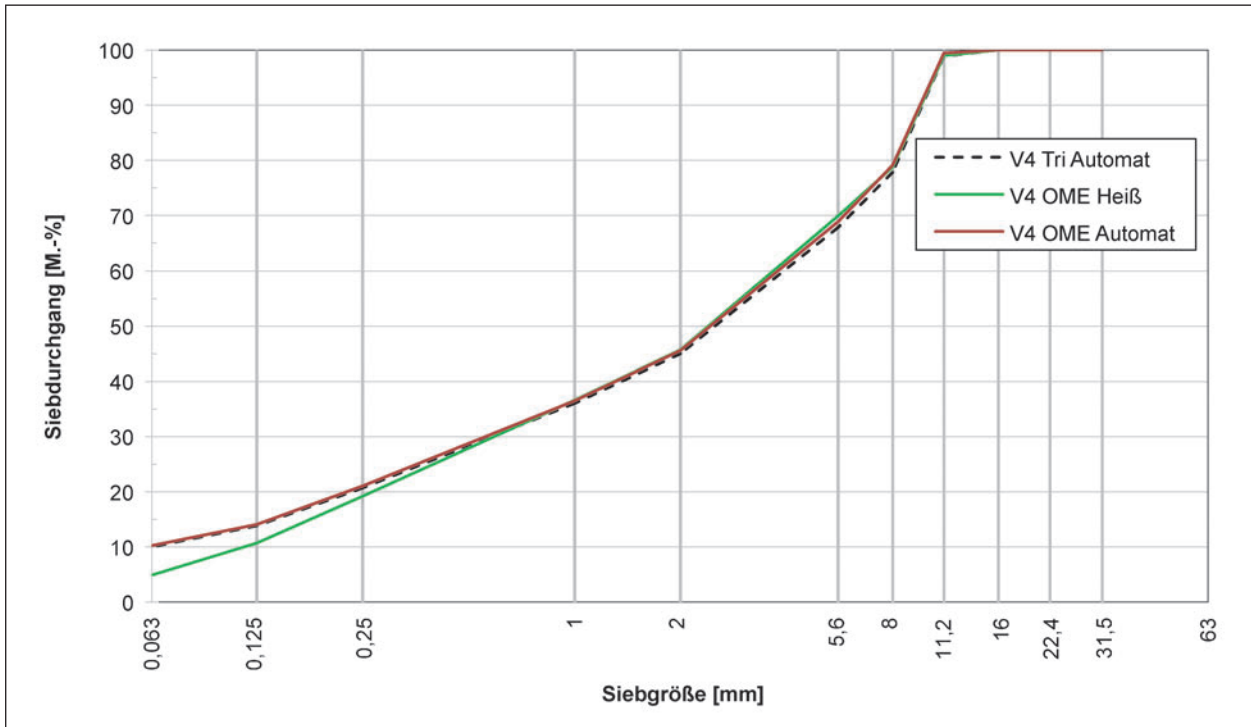


Bild 48: Sieblinien für AC 11 D S mit Straßenbaubitumen 50/70, ermittelt nach Extraktion mittels Tri und OME

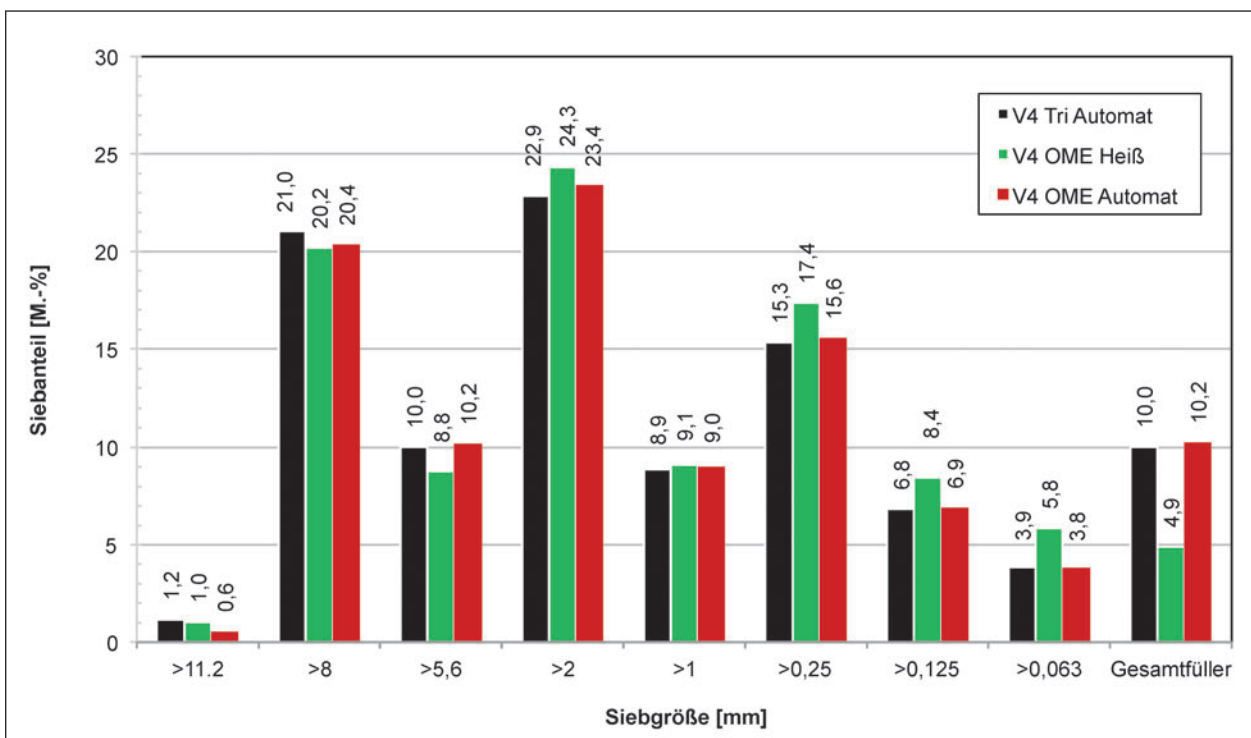


Bild 49: Verteilung der Korngrößen für AC 11 D S mit Straßenbaubitumen 50/70, ermittelt nach Extraktion mittels Tri und OME

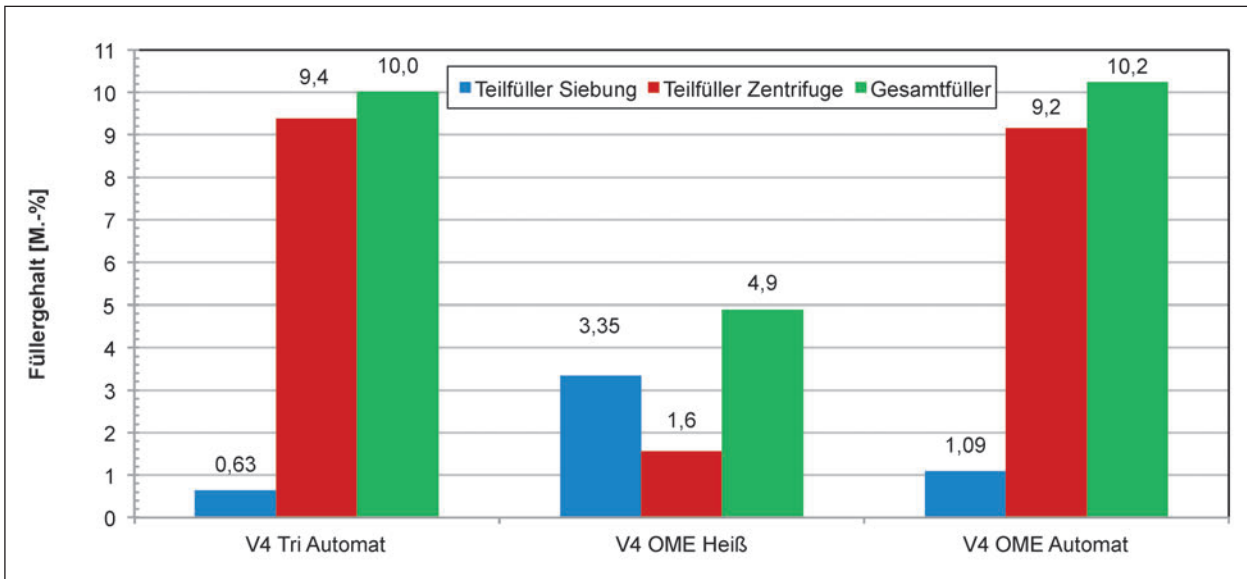


Bild 50: Fülleranteile und resultierender Füllergehalt für AC 11 D S mit Straßenbaubitumen 50/70, ermittelt nach Extraktion mittels Tri und OME

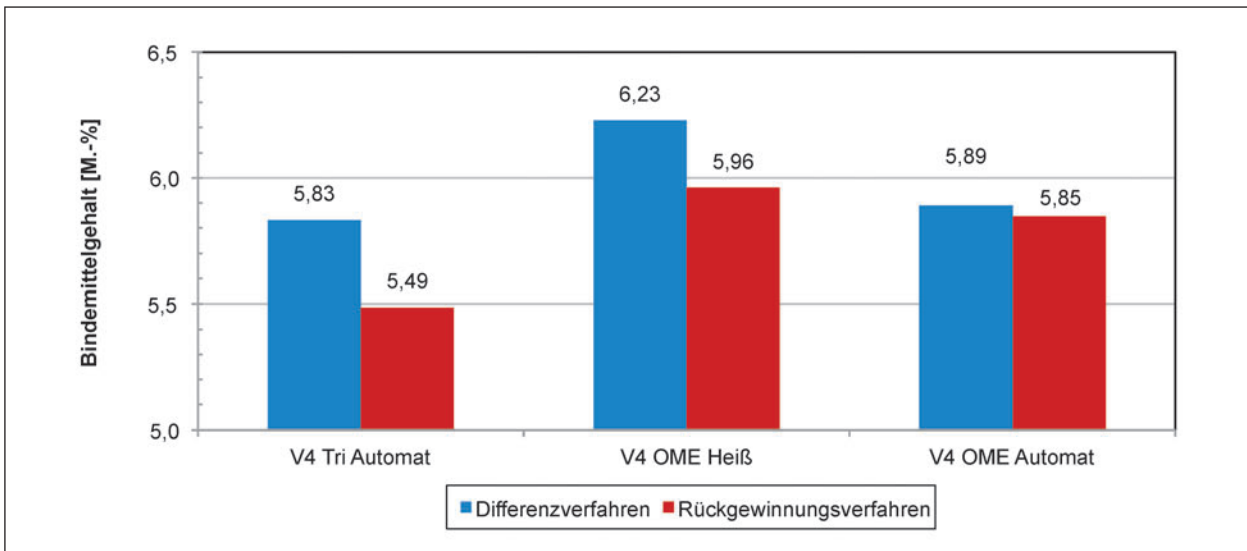


Bild 51: Bindemittelgehalt nach Differenzverfahren und nach Rückgewinnungsverfahren für AC 11 D S mit Straßenbaubitumen 50/70, ermittelt nach Extraktion mittels Tri und OME

AC 11 D S, 50/70		mit Tri als Lösemittel					mit OME als Lösemittel				
		MW	s	v [-]	d	da	MW	s	v [-]	d	da
Korngrößen- verteilung, Siebdurchgang [M.-%]	Fülleranteil < 0,063 mm	10,01	0,54	0,05	1,51	2,07	10,25	1,20	0,12	3,04	4,62
	Kornanteil < 0,125 mm	13,88	0,21	0,01	0,53	0,80	14,07	0,27	0,02	0,68	1,03
	Gesteinskörnung 0,063 bis 2 mm	34,92	1,59	0,05	4,31	6,15	35,26	0,89	0,03	1,93	3,43
	Gesteinskörnung > 2 mm, D ≤ 16 mm	55,07	1,07	0,02	2,80	4,14	54,49	1,24	0,02	3,10	4,79
	Gesteinskörnung > 2 mm, D > 16 mm	55,07	1,07	0,02	2,80	4,14	54,49	1,24	0,02	3,10	4,79
	Grobkornanteil	22,20	2,39	0,11	6,46	9,24	20,92	1,48	0,07	3,55	5,71
	> 5,6 mm bei SMA 11 S										
löslicher BM-Gehalt [M.-%]	Differenzverf.	5,83	0,13	0,02	0,31	0,52	5,89	0,09	0,02	0,23	0,34
	Rückgewinnungsverf.	5,49	0,32	0,06	0,75	1,24	5,85	0,13	0,02	0,36	0,51

Tab. 17: AC 11 D S mit Straßenbaubitumen 50/70: Ergebnis der Mischgutanalyse

AC 11 D S, 50/70		einfacher Vergleich			
		Varianzen	Mittelwerte		
			$\sigma_1 = \sigma_{a(\text{Tri})}$	$\sigma_1 = \sigma_r$	$\sigma_1 = \sigma_R$
Korngrößenverteilung, Siebdurchgang	Fülleranteil < 0,063 mm	gleich	gleich	gleich	gleich
	Kornanteil < 0,125 mm	gleich	gleich	gleich	gleich
	Gesteinskörnung 0,063 bis 2 mm	gleich	gleich	gleich	gleich
	Gesteinskörnung > 2 mm, D ≤ 16 mm	gleich	gleich	gleich	gleich
	Gesteinskörnung > 2 mm, D > 16 mm	gleich	gleich	gleich	gleich
	Grobkornanteil	gleich	gleich	gleich	gleich
	> 5,6 mm bei SMA 11 S	gleich	gleich	gleich	gleich
löslicher BM-Gehalt	Differenzverf.	gleich	gleich	gleich	gleich
	Rückgewinnungsverf.	gleich	nicht gleich	nicht gleich	nicht gleich

Tab. 18: AC 11 D S mit Straßenbaubitumen 50/70: Ergebnis der statistischen Auswertung

Splittmastixasphalt für Asphaltdeckschichten der Sorte SMA 11 S mit polymermodifiziertem Bitumen 25/55-55 RC (V6)

Erhobene Kenndaten aus durchgeführten Mischgutanalysen sind in den Diagrammen (Bilder 52 bis 55) dargestellt.

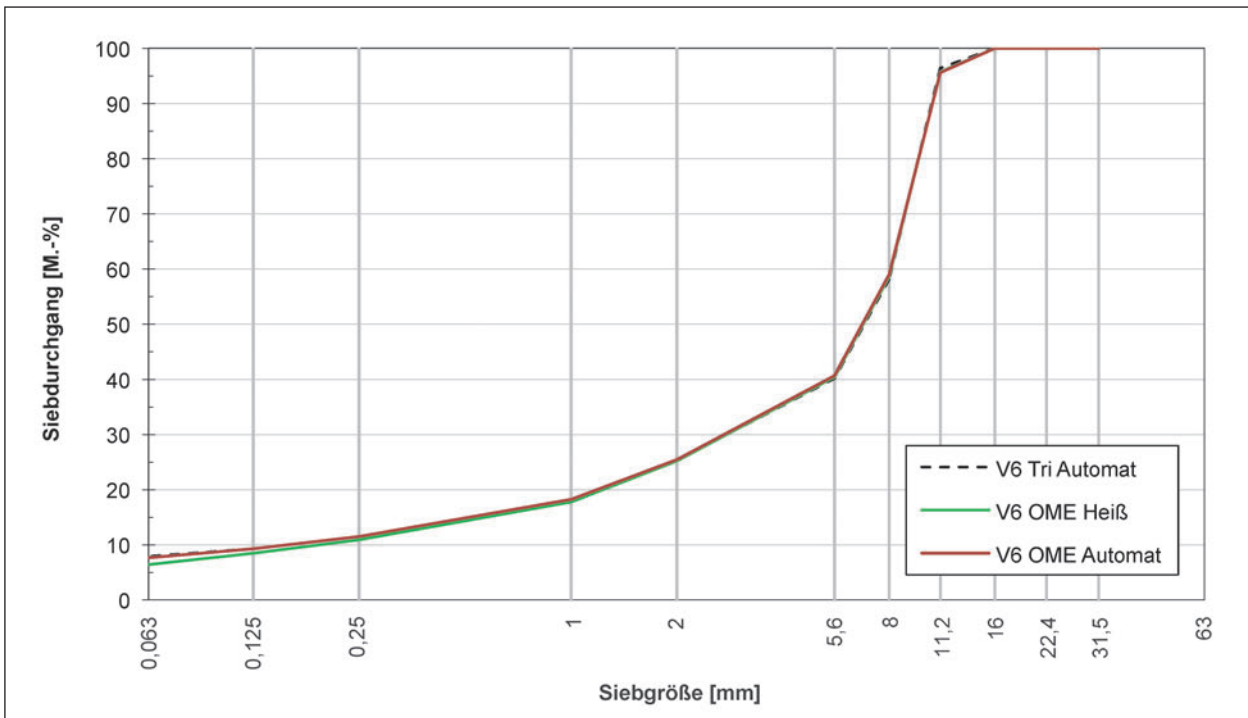


Bild 52: Sieblinien für SMA 11 S mit polymermodifiziertem Bitumen 25/55-55 A, ermittelt nach Extraktion mittels Tri und OME

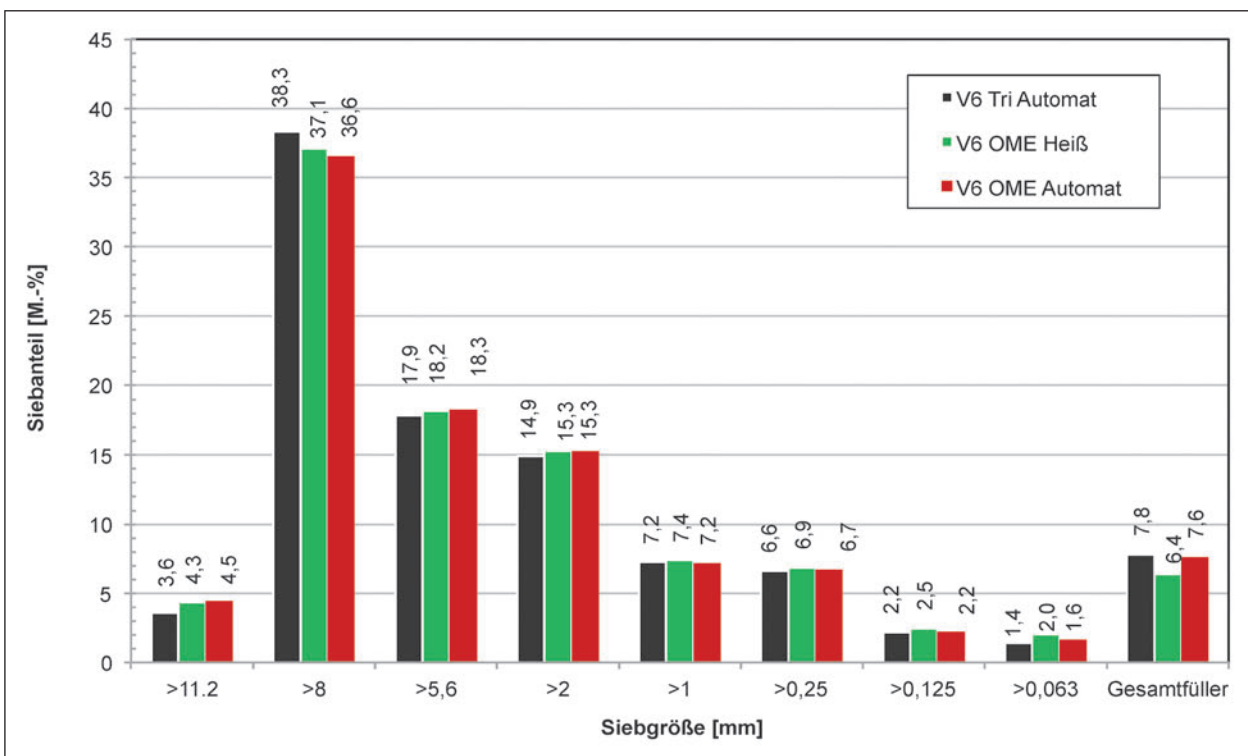


Bild 53: Verteilung der Korngrößen für SMA 11 S mit polymermodifiziertem Bitumen 25/55-55 A, ermittelt nach Extraktion mittels Tri und OME

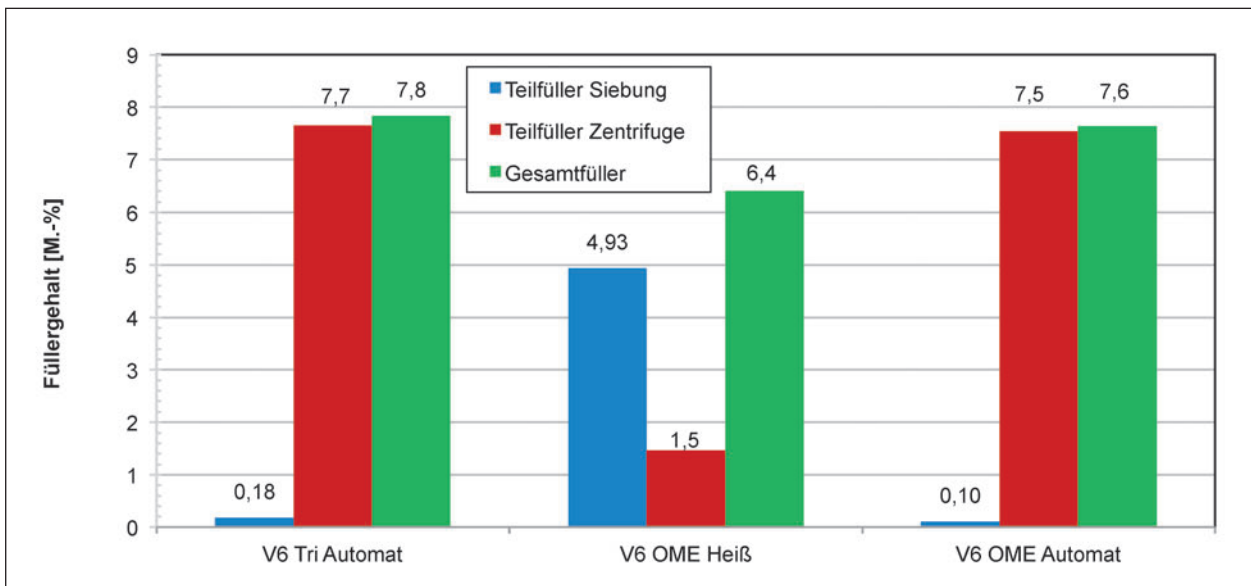


Bild 54: Fülleranteile und resultierender Füllergehalt für SMA 11 S mit polymermodifiziertem Bitumen 25/55-55 A, ermittelt nach Extraktion mittels Tri und OME

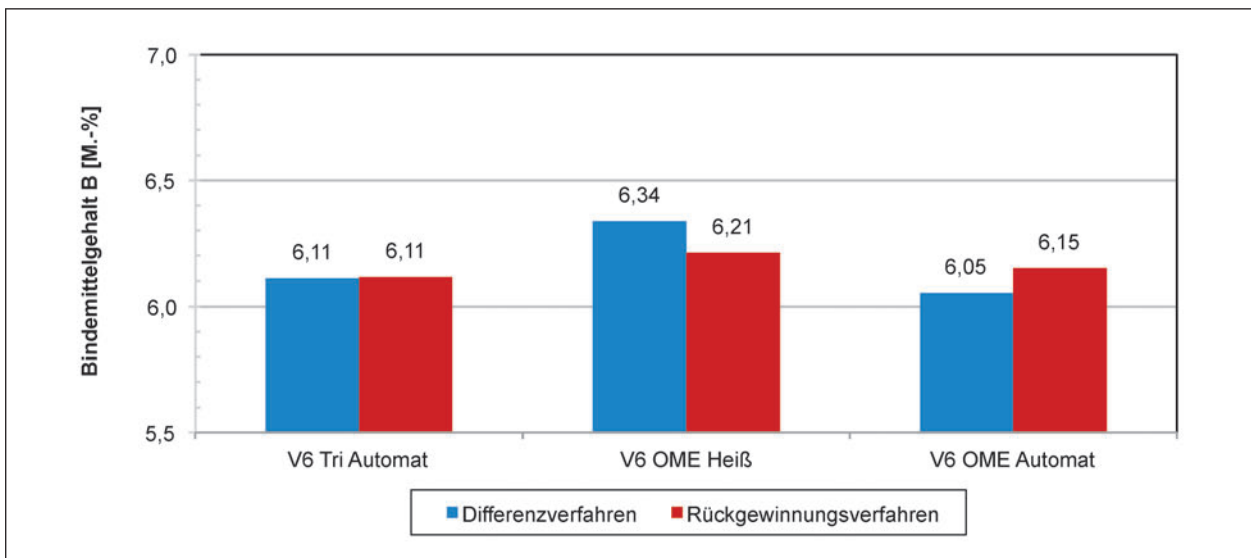


Bild 55: Bindemittelgehalt nach Differenzverfahren und nach Rückgewinnungsverfahren für SMA 11 S mit polymermodifiziertem Bitumen 25/55-55 A, ermittelt nach Extraktion mittels Tri und OME

SMA 11 S, 25/55-55 RC		mit Tri als Lösemittel					mit OME als Lösemittel				
		MW	s	v [-]	d	da	MW	s	v [-]	d	da
Korngrößen- verteilung, Siebdurchgang [M.-%]	Fülleranteil < 0,063 mm	7,88	0,17	0,02	0,39	0,64	7,65	0,17	0,02	0,35	0,64
	Kornanteil < 0,125 mm	9,28	0,08	0,01	0,18	0,30	9,28	0,19	0,02	0,41	0,72
	Gesteinskörnung 0,063 bis 2 mm	17,47	0,31	0,02	0,67	1,21	17,80	0,26	0,01	0,70	1,00
	Gesteinskörnung > 2 mm, D ≤ 16 mm	74,65	0,22	0,00	0,55	0,86	74,55	0,39	0,01	1,05	1,51
	Gesteinskörnung > 2 mm, D > 16 mm	74,65	0,22	0,00	0,55	0,86	74,55	0,39	0,01	1,05	1,51
	Grobkornanteil	41,94	1,39	0,03	3,91	5,38	40,73	2,01	0,05	5,61	7,77
	> 5,6 mm bei SMA 11 S	59,62	0,46	0,01	1,15	1,78	59,10	1,38	0,02	3,82	5,32
löslicher BM-Gehalt [M.-%]	Differenzverf.	6,14	0,08	0,01	0,22	0,33	6,20	0,13	0,02	0,37	0,50
	Rückgewinnungsverf.	6,14	0,07	0,01	0,15	0,25	6,14	0,12	0,02	0,29	0,47

Tab. 19: SMA 11 S mit polymermodifiziertem Bitumen 25/55-55 A: Ergebnis der Mischgutanalyse

SMA 11 S, 25/55-55 RC		einfacher Vergleich			
		Varianzen	Mittelwerte		
			$\sigma_1 = \sigma_{a(\text{Tri})}$	$\sigma_1 = \sigma_r$	$\sigma_1 = \sigma_R$
Korngrößenverteilung, Siebdurchgang	Fülleranteil < 0,063 mm	gleich	gleich	gleich	gleich
	Kornanteil < 0,125 mm	gleich	gleich	gleich	gleich
	Gesteinskörnung 0,063 bis 2 mm	gleich	gleich	gleich	gleich
	Gesteinskörnung > 2 mm, D ≤ 16 mm	gleich	gleich	gleich	gleich
	Gesteinskörnung > 2 mm, D > 16 mm	gleich	gleich	gleich	gleich
	Grobkornanteil	gleich	gleich	gleich	gleich
	> 5,6 mm bei SMA 11 S	gleich	gleich	gleich	gleich
löslicher BM-Gehalt	Differenzverf.	gleich	gleich	gleich	gleich
	Rückgewinnungsverf.	gleich	gleich	gleich	gleich

Tab. 20: SMA 11 S mit Polymermodifiziertem Bitumen 25/55-55 A: Ergebnis der statistischen Auswertung

Gussasphalt der Sorte MA 11 S mit Straßenbaubitumen 20/30 NV (V10)

Erhobene Kenndaten aus durchgeführten Mischgutanalysen sind in den Diagrammen (Bilder 56 bis 59) sowie in den Tabellen 21 bis 22 dargestellt. Diese Asphaltmischgutvariante findet auch in der zweiten Vergleichsuntersuchung Anwendung (siehe Kapitel 4.4.2).

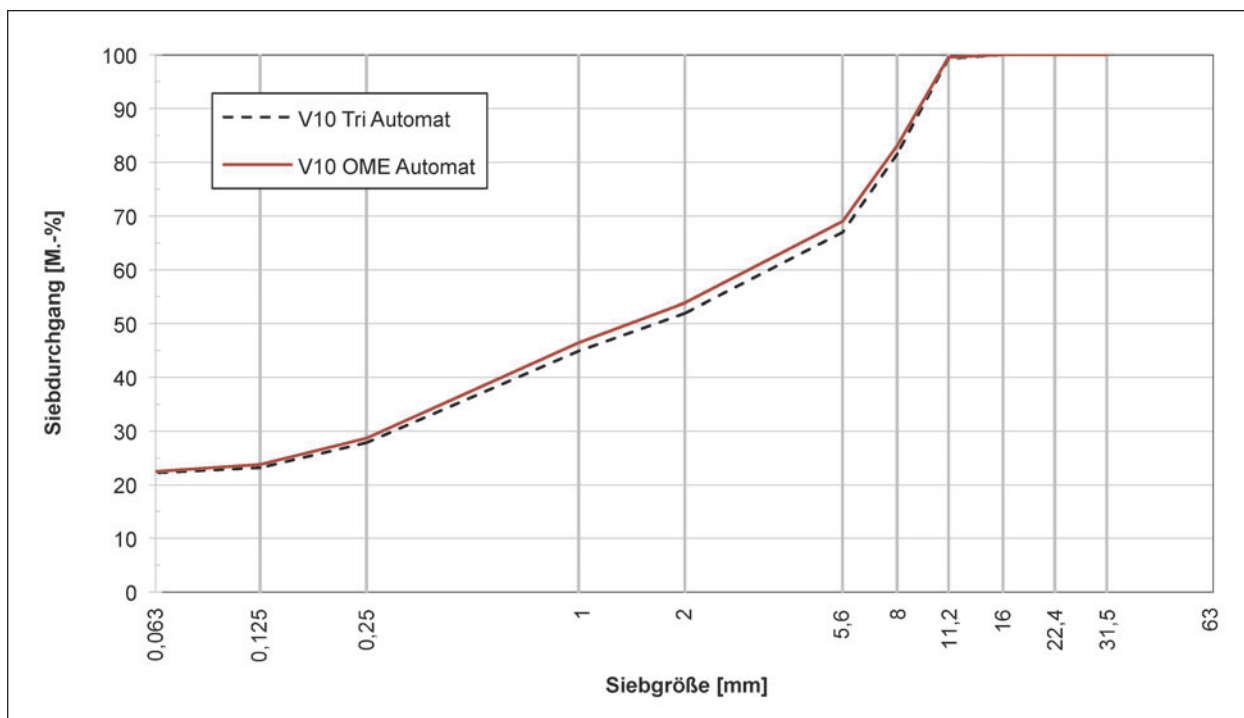


Bild 56: Sieblinien für MA 11 S mit Straßenbaubitumen 20/30 NV, ermittelt nach Extraktion mittels Tri und OME

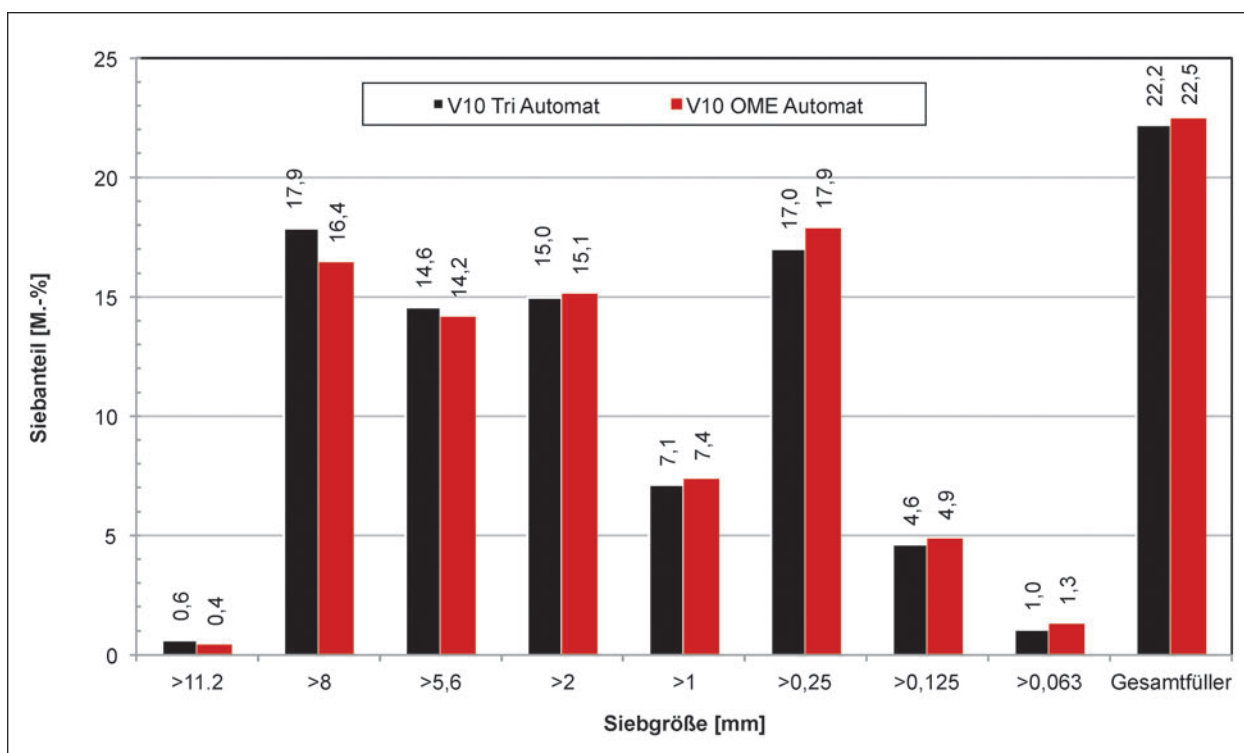


Bild 57: Verteilung der Korngrößen für MA 11 S mit Straßenbaubitumen 20/30 NV, ermittelt nach Extraktion mittels Tri und OME

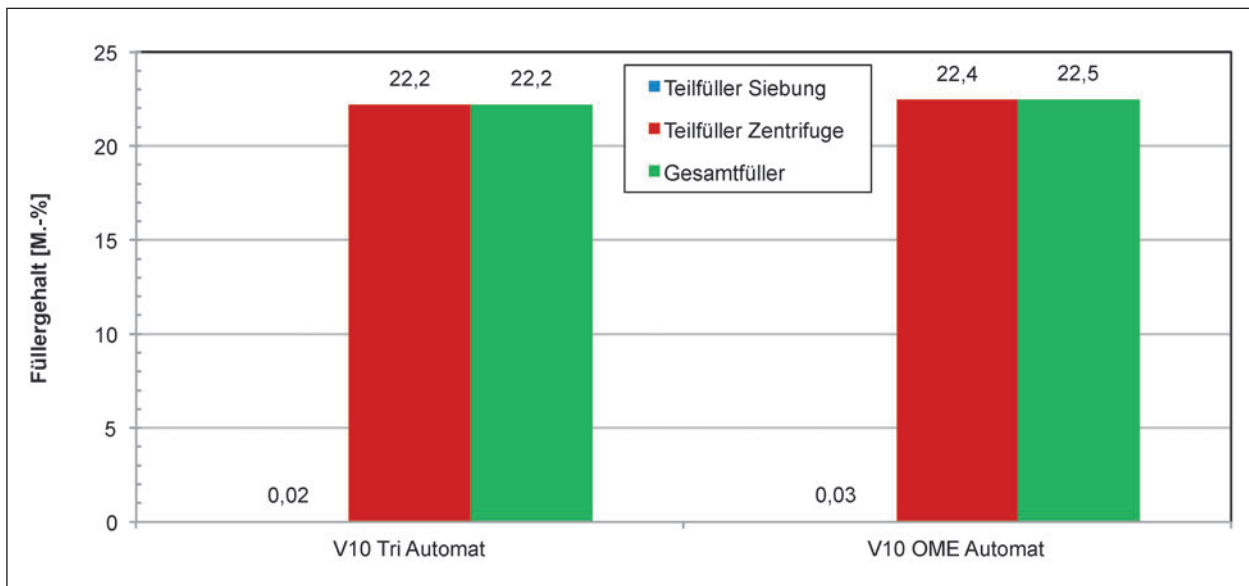


Bild 58: Fülleranteile und resultierender Füllergehalt für MA 11 S mit Straßenbaubitumen 20/30 NV, ermittelt nach Extraktion mittels Tri und OME

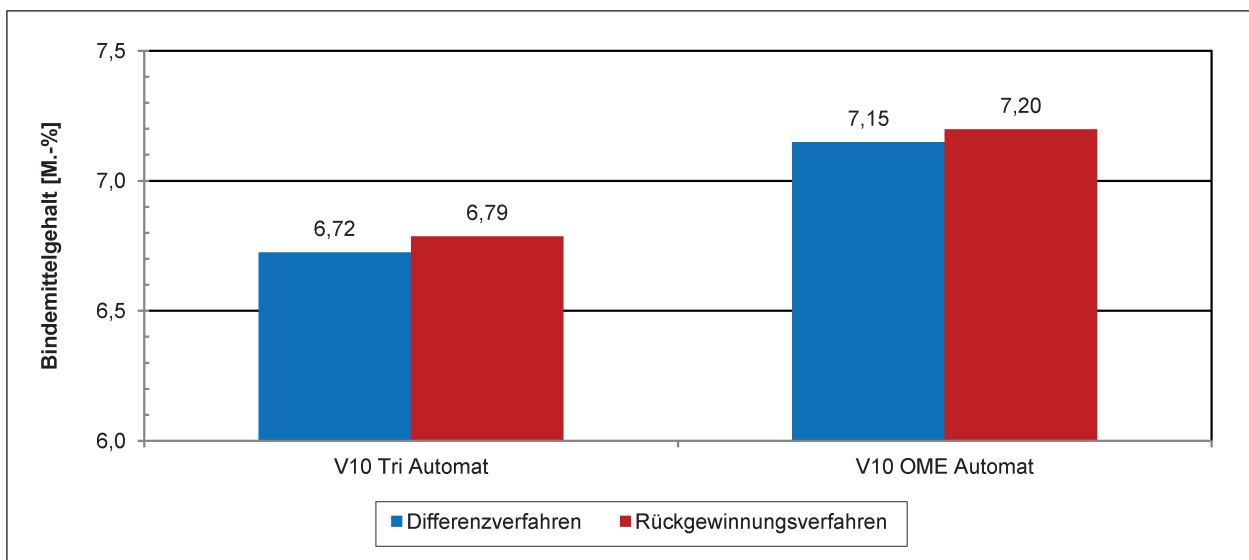


Bild 59: Bindemittelgehalt nach Differenzverfahren und nach Rückgewinnungsverfahren für MA 11 S mit Straßenbaubitumen 20/30 NV, ermittelt nach Extraktion mittels Tri und OME

MA 11 S, 20/30 V		mit Tri als Lösemittel					mit OME als Lösemittel				
		MW	s	v [-]	d	da	MW	s	v [-]	d	da
Korngrößen- verteilung, Siebdurchgang [M.-%]	Fülleranteil < 0,063 mm	22,19	0,28	0,01	0,72	1,10	22,47	1,54	0,07	4,12	5,95
	Kornanteil < 0,125 mm	23,23	0,24	0,01	0,65	0,92	23,75	1,75	0,07	4,55	6,77
	Gesteinskörnung 0,063 bis 2 mm	29,79	0,42	0,01	0,99	1,61	31,38	2,22	0,07	5,50	8,56
	Gesteinskörnung > 2 mm, D ≤ 16 mm	48,02	0,61	0,01	1,51	2,34	46,15	3,38	0,07	8,68	13,05
	Gesteinskörnung > 2 mm, D > 16 mm	48,02	0,61	0,01	1,51	2,34	46,15	3,38	0,07	8,68	13,05
	Grobkornanteil	18,48	1,03	0,06	2,45	3,98	16,87	3,23	0,19	8,80	12,47
	> 5,6 mm bei SMA 11 S										
löslicher BM-Gehalt [M.-%]	Differenzverf.	6,72	0,11	0,02	0,28	0,44	7,15	1,22	0,17	3,18	4,71
	Rückgewinnungs- verf.	6,79	0,06	0,01	0,15	0,24	7,20	0,76	0,11	1,67	2,94

Tab. 21: MA 11 S mit Straßenbaubitumen 20/30 V: Ergebnis der Mischgutanalyse

MA 11 S, 20/30 V		einfacher Vergleich			
		Varianzen	Mittelwerte		
			$\sigma_1 = \sigma_{a(\text{Tri})}$	$\sigma_1 = \sigma_r$	$\sigma_1 = \sigma_R$
Korngrößenverteilung, Siebdurchgang	Fülleranteil < 0,063 mm	gleich	gleich	gleich	gleich
	Kornanteil < 0,125 mm	gleich	gleich	gleich	gleich
	Gesteinskörnung 0,063 bis 2 mm	gleich	gleich	gleich	gleich
	Gesteinskörnung > 2 mm, D ≤ 16 mm	gleich	gleich	gleich	gleich
	Gesteinskörnung > 2 mm, D > 16 mm	gleich	gleich	gleich	gleich
	Grobkornanteil	gleich	gleich	gleich	gleich
	> 5,6 mm bei SMA 11 S	gleich	gleich	gleich	gleich
löslicher BM-Gehalt	Differenzverf.	gleich	gleich	gleich	gleich
	Rückgewinnungsverf.	gleich	gleich	gleich	gleich

Tab. 22: MA 11 S mit Straßenbaubitumen 20/30 V: Ergebnis der statistischen Auswertung

Asphaltbeton für Asphalttragschichten der Sorte AC 22 T S mit Straßenbaubitumen 50/70 (V8)

Erhobene Kenndaten aus durchgeführten Mischgutanalysen sind in den Diagrammen (Bilder 60 bis 63) und Tabellen 23 bis 24 dargestellt. Diese Asphaltmischgutvariante findet auch in der ersten Vergleichsuntersuchung Anwendung (siehe Kapitel 4.4.1).

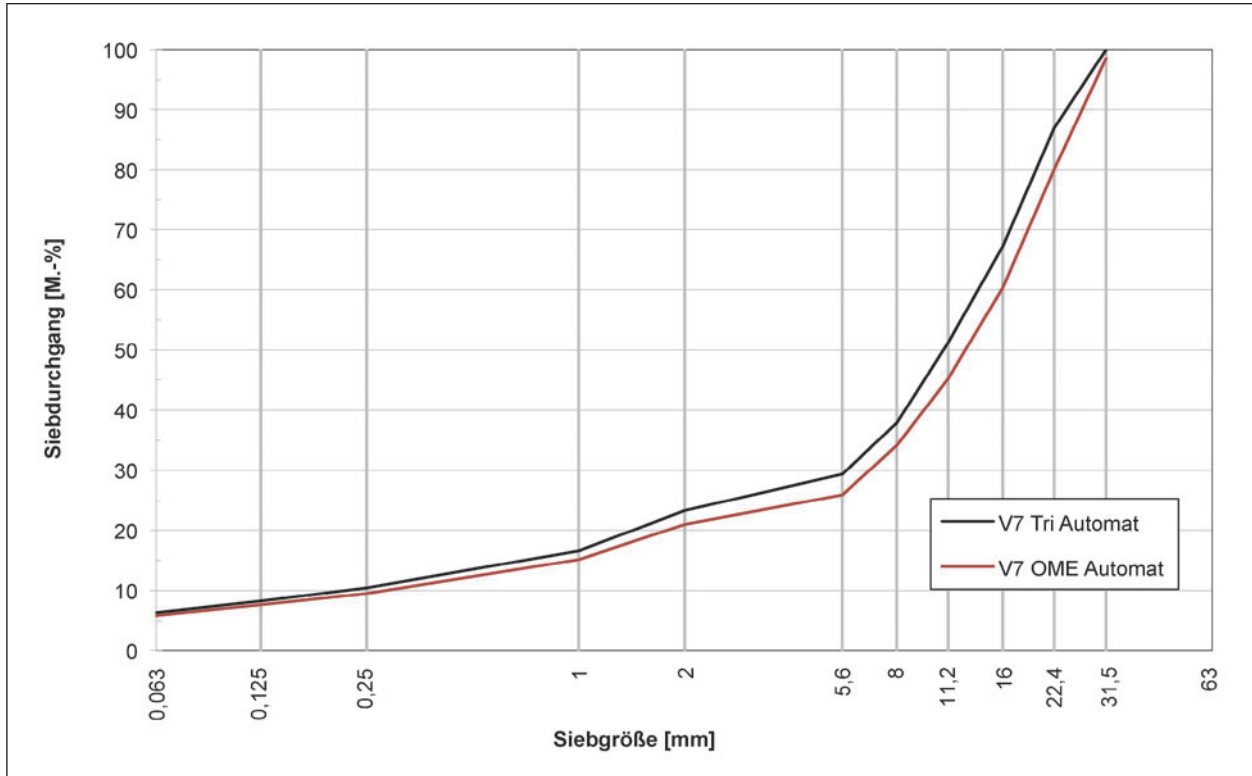


Bild 60: Sieblinien für AC 22 T S mit Straßenbaubitumen 50/70, ermittelt nach Extraktion mittels Tri und OME

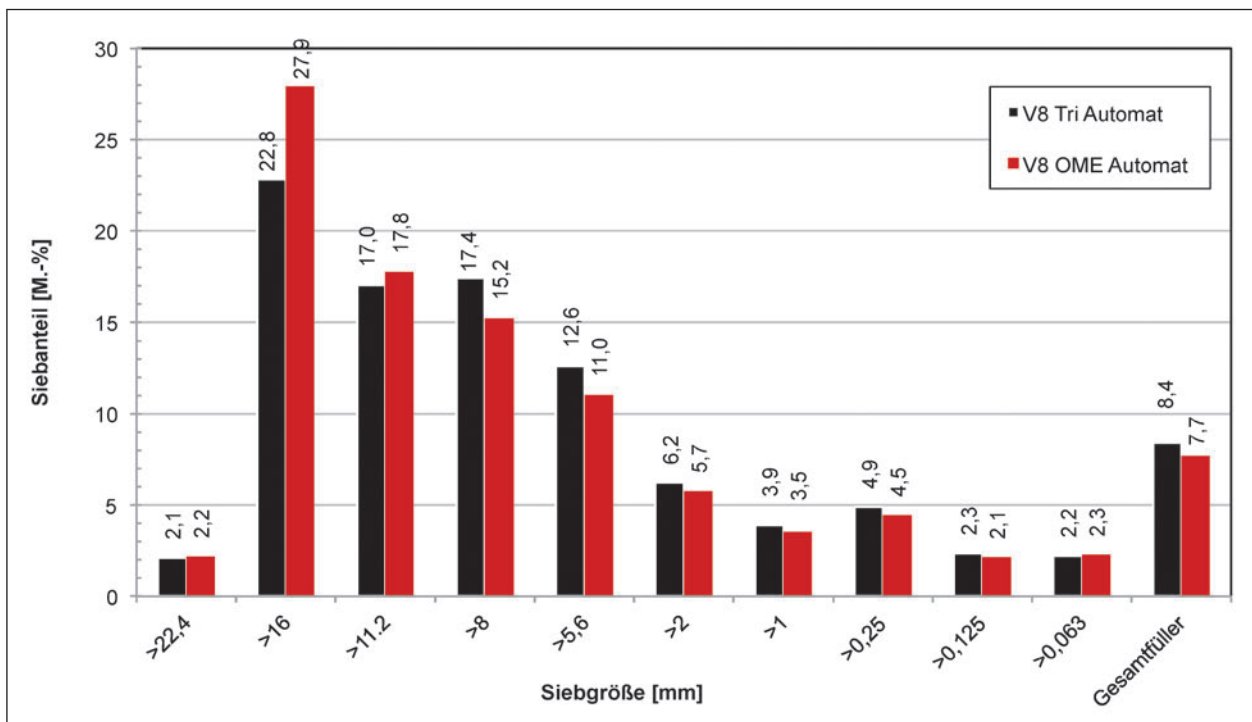


Bild 61: Verteilung der Korngrößen für AC 22 T S mit Straßenbaubitumen 50/70, ermittelt nach Extraktion mittels Tri und OME

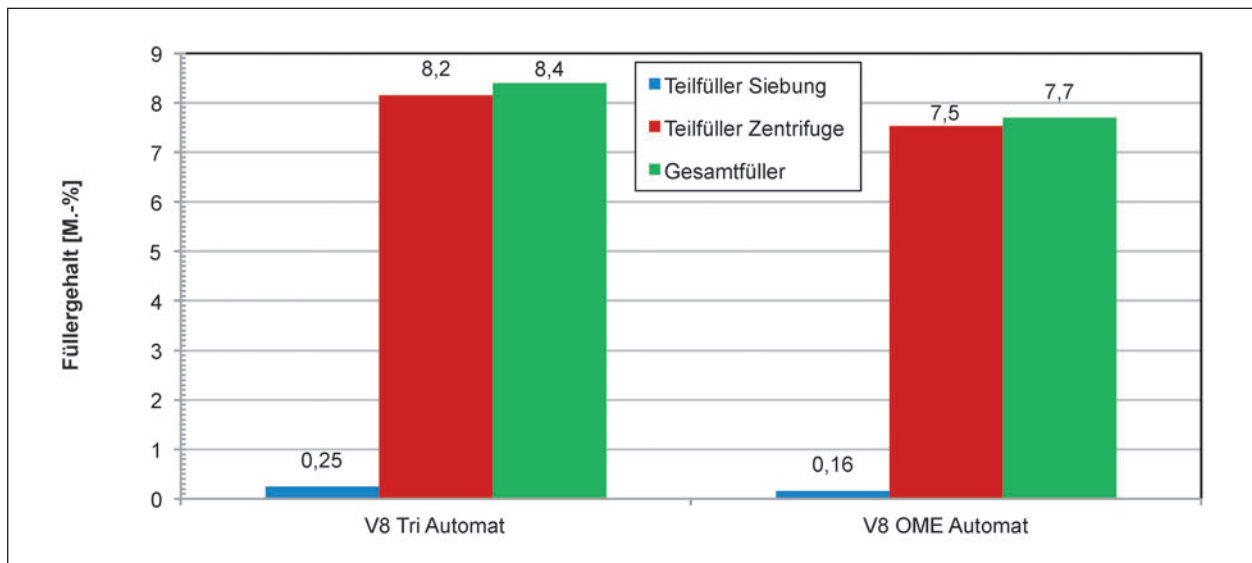


Bild 62: Fülleranteile und resultierender Füllergehalt für AC 22 T S mit Straßenbaubitumen 50/70, ermittelt nach Extraktion mittels Tri und OME

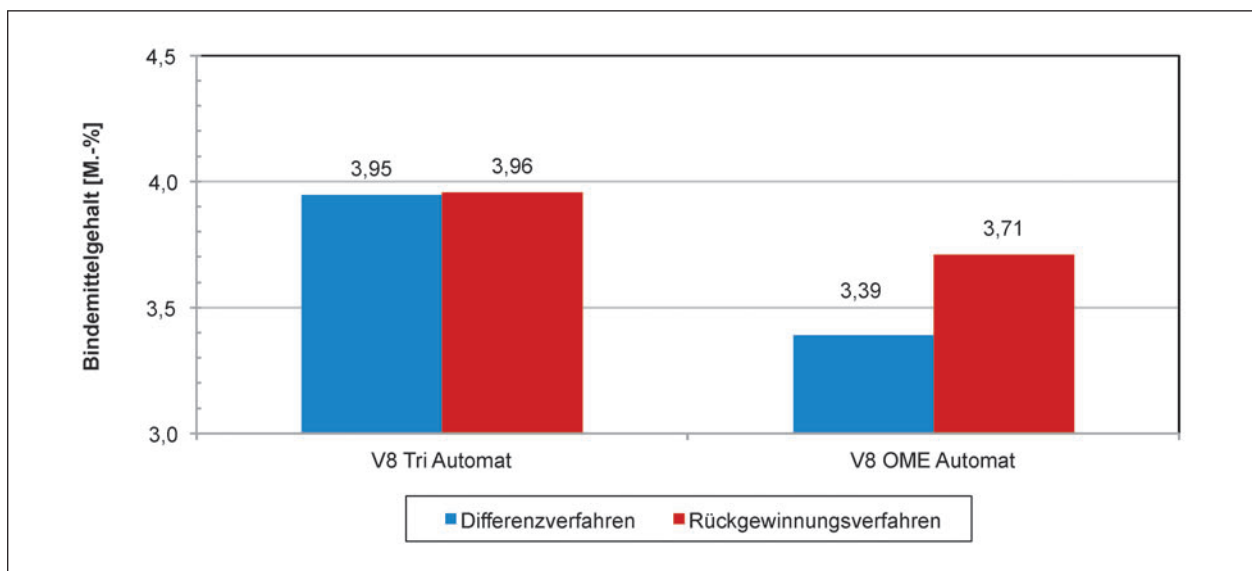


Bild 63: Bindemittelgehalt nach Differenzverfahren und nach Rückgewinnungsverfahren für AC 22 T S mit Straßenbaubitumen 50/70, ermittelt nach Extraktion mittels Tri und OME

AC 22 T S, 50/70		mit Tri als Lösemittel					mit OME als Lösemittel				
		MW	s	v [-]	d	da	MW	s	v [-]	d	da
Korngrößen- verteilung, Siebdurchgang [M.-%]	Fülleranteil < 0,063 mm	8,40	0,37	0,04	0,87	1,43	7,69	0,29	0,04	0,79	1,12
	Kornanteil < 0,125 mm	10,63	0,39	0,04	1,03	1,52	9,96	0,43	0,04	1,17	1,64
	Gesteinskörnung 0,063 bis 2 mm	13,35	0,61	0,05	1,50	2,37	12,41	0,75	0,06	1,92	2,88
	Gesteinskörnung > 2 mm, D ≤ 16 mm	53,31	1,74	0,03	3,62	6,71	49,79	1,75	0,04	4,84	6,74
	Gesteinskörnung > 2 mm, D > 16 mm	78,25	0,96	0,01	2,36	3,70	79,90	1,01	0,01	2,71	3,88
	Grobkornanteil	24,94	2,27	0,09	5,42	8,75	30,11	2,26	0,08	5,84	8,74
	> 5,6 mm bei SMA 11 S										
löslicher BM-Gehalt [M.-%]	Differenzverf.	3,95	0,09	0,02	0,23	0,36	3,39	0,25	0,07	0,60	0,95
	Rückgewinnungsverf.	3,96	0,14	0,04	0,35	0,53	3,71	0,15	0,04	0,40	0,56

Tab. 23: AC 22 T S mit Straßenbaubitumen 50/70: Ergebnis der Mischgutanalyse

AC 22 T S, 50/70		einfacher Vergleich			
		Varianzen	Mittelwerte		
			$\sigma_1 = \sigma_{a(\text{Tri})}$	$\sigma_1 = \sigma_r$	$\sigma_1 = \sigma_R$
Korngrößenverteilung, Siebdurchgang	Fülleranteil < 0,063 mm	gleich	nicht gleich	nicht gleich	nicht gleich
	Kornanteil < 0,125 mm	gleich	nicht gleich	nicht gleich	nicht gleich
	Gesteinskörnung 0,063 bis 2 mm	gleich	gleich	gleich	gleich
	Gesteinskörnung > 2 mm, D ≤ 16 mm	gleich	nicht gleich	nicht gleich	nicht gleich
	Gesteinskörnung > 2 mm, D > 16 mm	gleich	nicht gleich	nicht gleich	gleich
	Grobkornanteil	gleich	nicht gleich	nicht gleich	gleich
	> 5,6 mm bei SMA 11 S	gleich	gleich	nicht gleich	gleich
löslicher BM-Gehalt	Differenzverf.	gleich	nicht gleich	nicht gleich	nicht gleich
	Rückgewinnungsverf.	gleich	nicht gleich	nicht gleich	gleich

Tab. 24: AC 22 T S mit Straßenbaubitumen 50/70: Ergebnis der statistischen Auswertung

Asphaltbeton für Asphalttragschichten der Sorte AC 32 T S mit Straßenbaubitumen 70/100 (V7)

Erhobene Kenndaten aus durchgeführten Mischgutanalysen sind in den Diagrammen (Bilder 64 bis 67) und Tabellen 25 und 26 dargestellt.

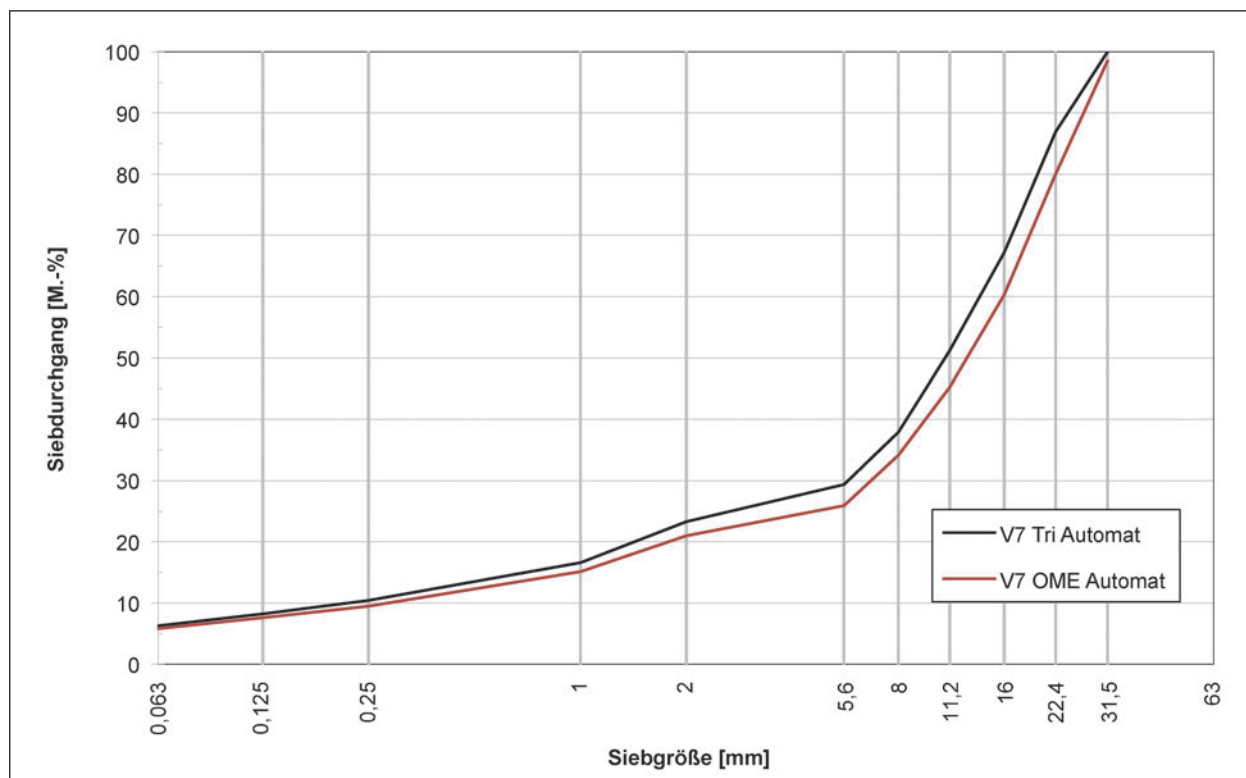


Bild 64: Sieblinien für AC 32 T S mit Straßenbaubitumen 70/100, ermittelt nach Extraktion mittels Tri und OME

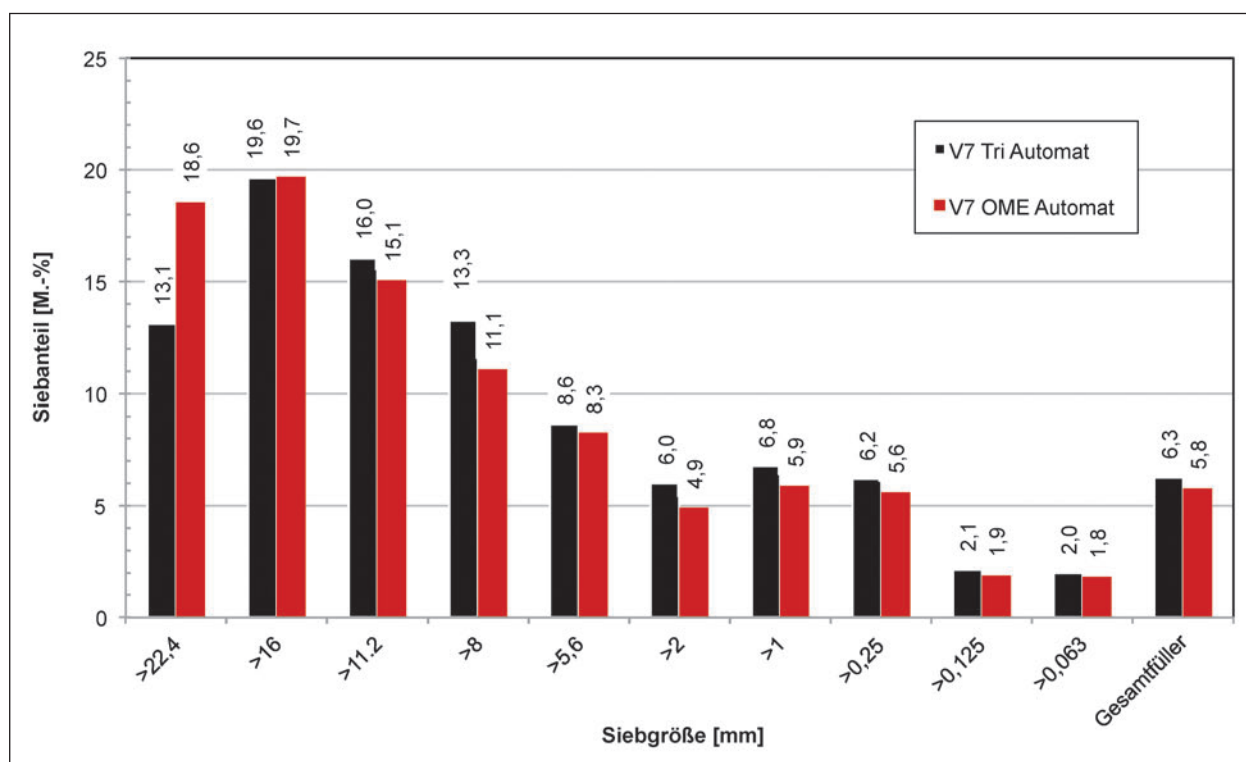


Bild 65: Verteilung der Korngrößen für AC 32 T S mit Straßenbaubitumen 70/100, ermittelt nach Extraktion mittels Tri und OME

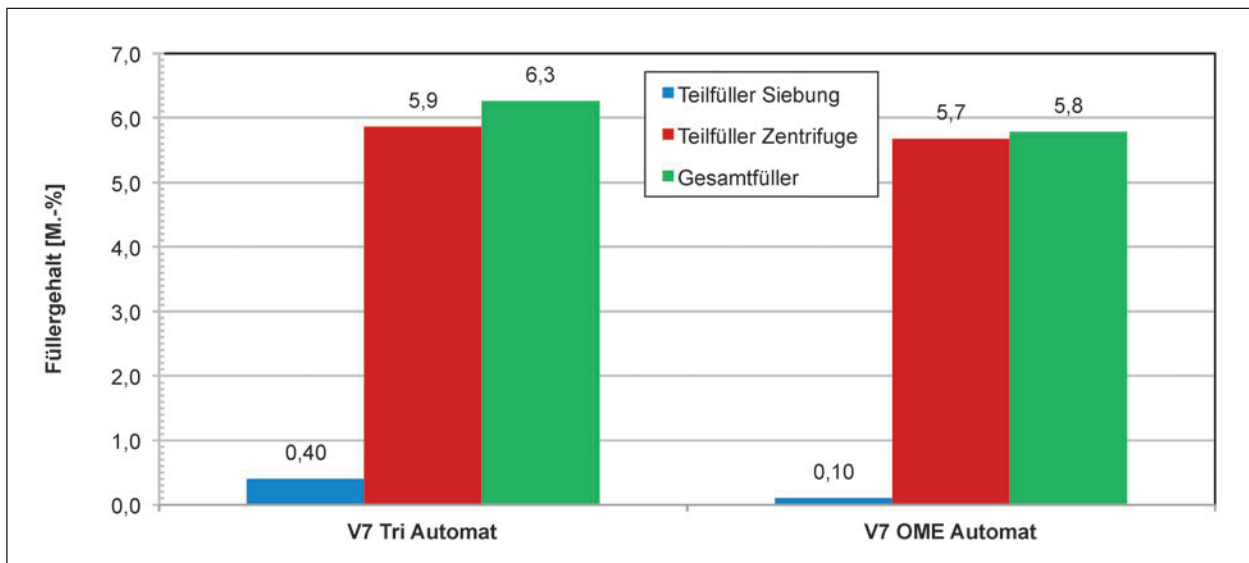


Bild 66: Fülleranteile und resultierender Füllergehalt für AC 32 T S mit Straßenbaubitumen 70/100, ermittelt nach Extraktion mittels Tri und OME

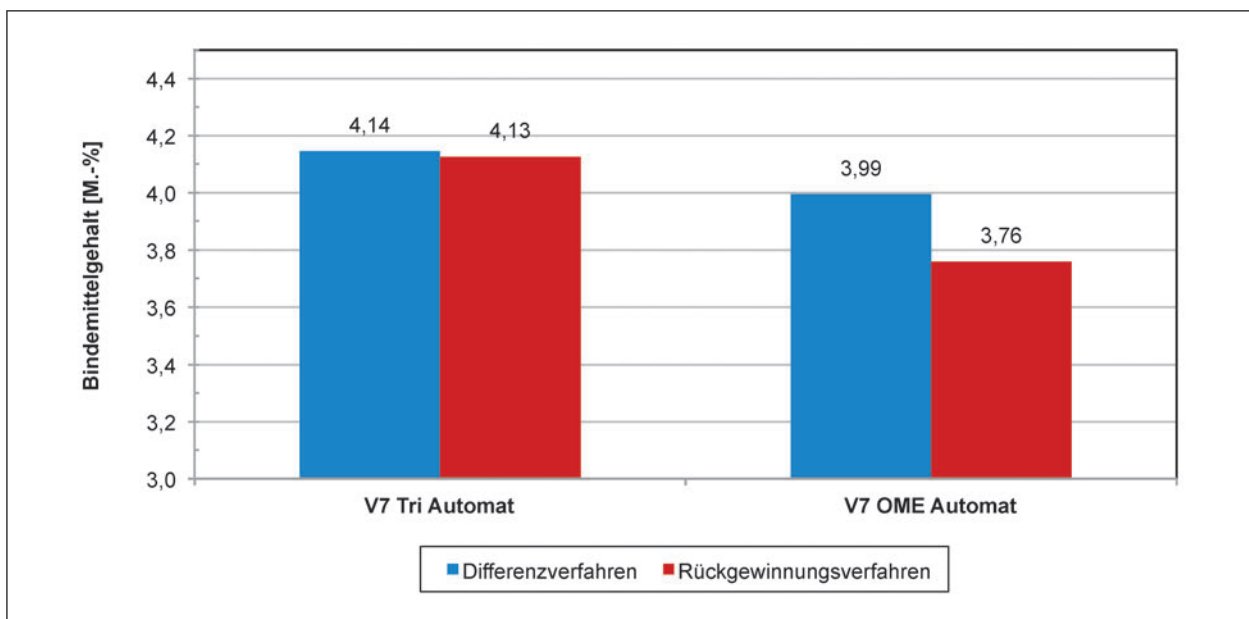


Bild 67: Bindemittelgehalt nach Differenzverfahren und nach Rückgewinnungsverfahren für AC 32 T S mit Straßenbaubitumen 70/100, ermittelt nach Extraktion mittels Tri und OME

AC 32 T S, 70/100		mit Tri als Lösemittel					mit OME als Lösemittel				
		MW	s	v [-]	d	da	MW	s	v [-]	d	da
Korngrößen- verteilung, Siebdurchgang [M.-%]	Fülleranteil < 0,063 mm	6,26	0,61	0,10	1,27	2,34	5,78	0,30	0,05	0,72	1,16
	Kornanteil < 0,125 mm	8,24	0,72	0,09	1,58	2,78	7,59	0,40	0,05	0,95	1,55
	Gesteinskörnung 0,063 bis 2 mm	17,06	1,11	0,06	2,59	4,28	15,20	1,11	0,07	2,59	4,29
	Gesteinskörnung > 2 mm, D ≤ 16 mm	43,94	2,00	0,05	4,66	7,72	39,32	3,66	0,09	8,08	14,14
	Gesteinskörnung > 2 mm, D > 16 mm	76,67	1,69	0,02	3,86	6,54	77,55	1,53	0,02	3,65	5,89
	Grobkornanteil	13,12	4,21	0,32	10,00	16,25	20,02	2,49	0,12	6,08	9,61
	> 5,6 mm bei SMA 11 S										
löslicher BM-Gehalt [M.-%]	Differenzverf.	4,14	0,16	0,04	0,40	0,60	3,99	0,11	0,03	0,25	0,44
	Rückgewinnungsverf.	4,13	0,15	0,04	0,42	0,60	3,76	0,20	0,05	0,46	0,76

Tab. 25: AC 32 T S mit Straßenbaubitumen 70/100: Ergebnis der Mischgutanalyse

AC 32 T S, 70/100		einfacher Vergleich			
		Varianzen	Mittelwerte		
			$\sigma_1 = \sigma_{a(\text{Tri})}$	$\sigma_1 = \sigma_r$	$\sigma_1 = \sigma_R$
Korngrößenverteilung, Siebdurchgang	Fülleranteil < 0,063 mm	gleich	gleich	nicht gleich	gleich
	Kornanteil < 0,125 mm	gleich	gleich	nicht gleich	nicht gleich
	Gesteinskörnung 0,063 bis 2 mm	gleich	nicht gleich	nicht gleich	gleich
	Gesteinskörnung > 2 mm, D ≤ 16 mm	gleich	nicht gleich	nicht gleich	nicht gleich
	Gesteinskörnung > 2 mm, D > 16 mm	gleich	gleich	gleich	gleich
	Grobkornanteil	gleich	nicht gleich	nicht gleich	nicht gleich
	> 5,6 mm bei SMA 11 S	gleich	gleich	gleich	gleich
löslicher BM-Gehalt	Differenzverf.	gleich	gleich	gleich	gleich
	Rückgewinnungsverf.	gleich	nicht gleich	nicht gleich	nicht gleich

Tab. 26: AC 32 T S mit Straßenbaubitumen 70/100: Ergebnis der statistischen Auswertung

4.3 Reihenuntersuchungen an Bindemitteln

Die hohe thermische Beanspruchung der Bindemittel bei der Heißextraktion mit OME als Lösemittel schließt die Anwendung dieses Verfahrens aus. Sofern Ergebnisse nach Heißextraktion mit OME als Lösemittel vorliegen, werden diese in den Tabellen aufgeführt (aber nicht in den Diagrammen).

Nachfolgend sind die Ergebnisse der Untersuchungen zu den einzelnen Bindemittelvarianten ohne weitere Kommentierung dargestellt, die Bewertung der Untersuchungsergebnisse erfolgt in Kapitel 5.

40/100-65 A aus PA 8 (V5)

Erhobene Kenndaten aus durchgeführten Bitumenprüfungen sind in Tabelle 27 gegenübergestellt und in den Diagrammen (Bilder 68 bis 78) dargestellt.

V5_40/100-65 A aus PA 8			frisch	Tri Automat	OME Heiß	OME Automat
Kraftduktilität @ 25 °C	Duktilität [mm]		1.000	1.000	1.000	1.000
	Max. Kraft [N]		2,49	2,76	1,29	2,06
	Verformungsarbeit	W_{gesamt} [J/cm ²]	1,7698	2,2696	0,9437	1,6121
		$W_{0-0,2m}$ [J/cm ²]	0,1745	0,4140	0,2241	0,3219
$W_{0,2-0,4m}$ [J/cm ²]		0,2544	0,5045	0,2315	0,3940	
Erweichungspunkt RuK [°C]			74,7	70,1	62,2	68,3
Nadelpenetration [mm/10]			63,3	50,3	63,7	53,7
Elastische Rückstellung [%]			96,8	87,0	85,3	87,5
DSR 60 °C, 1,59 Hz	Phasenwinkel [°]		64,1	58,9	61,6	58,9
	komplexer Schermodul [Pa]		7.359	11.707	7.717	10.208
BBR -16 °C	Kriechsteifigkeit S [MPa]		78,2	86,1	42,1	50,8
	m-Wert [-]		0,4240	0,4737	0,4863	0,5253
MSCRT 60 °C	prozentuale Rückbildung	R_{100} [%]	71,0	78,0	69,6	85,1
		R_{1600} [%]	69,8	77,9	67,6	83,5
		R_{3200} [%]	71,4	79,4	64,4	86,2
	verbleibende Kriechdehnung	$J_{nr 100}$ [kPa ⁻¹]	0,2244	0,0936	0,1878	0,0582
		$J_{nr 1600}$ [kPa ⁻¹]	0,2355	0,0947	0,2034	0,0663
		$J_{nr 3200}$ [kPa ⁻¹]	0,2263	0,0898	0,2308	0,0556

Tab. 27: Übersicht über erhobene Bitumenkenndaten am polymermodifiziertem Bitumen 40/100-65 A

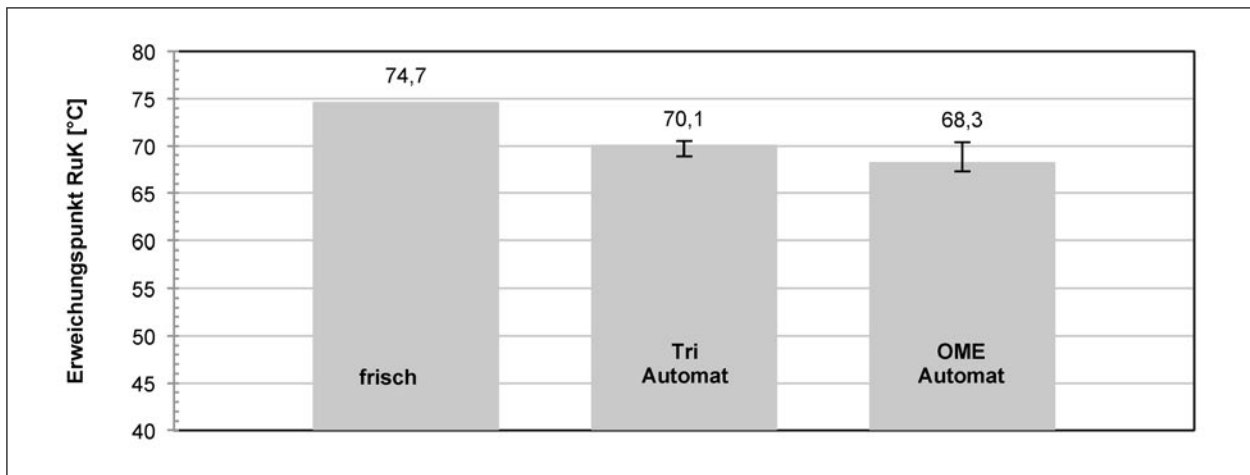


Bild 68: Erweichungspunkt Ring und Kugel von polymermodifizierten Bitumen 40/100-65 A im frischen Zustand und nach Extraktion aus PA 8 mittels Tri und OME (Mittelwerte)

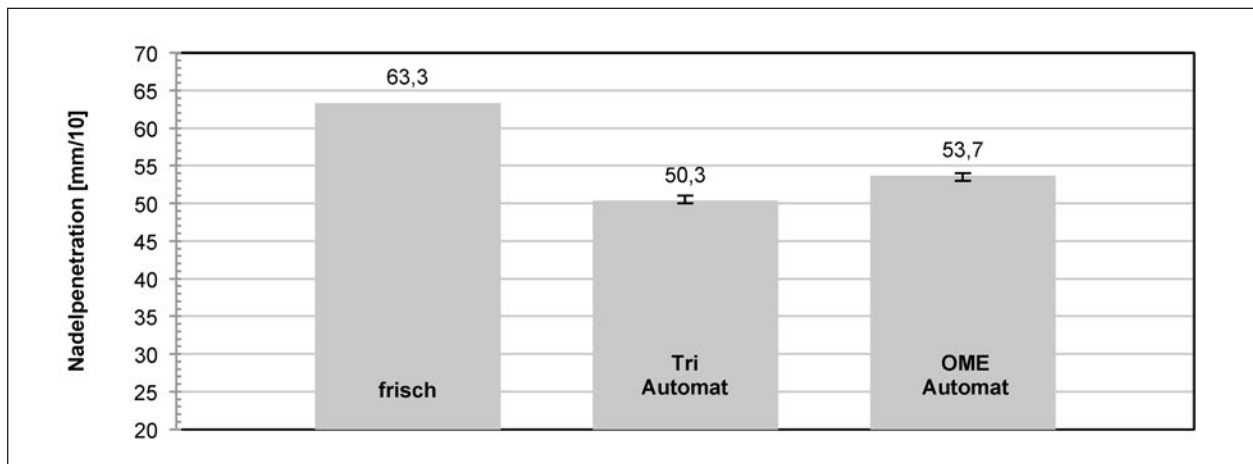


Bild 69: Nadelpenetration von polymermodifizierten Bitumen 40/100-65 A im frischen Zustand und nach Extraktion aus PA 8 mittels Tri und OME (Mittelwerte)

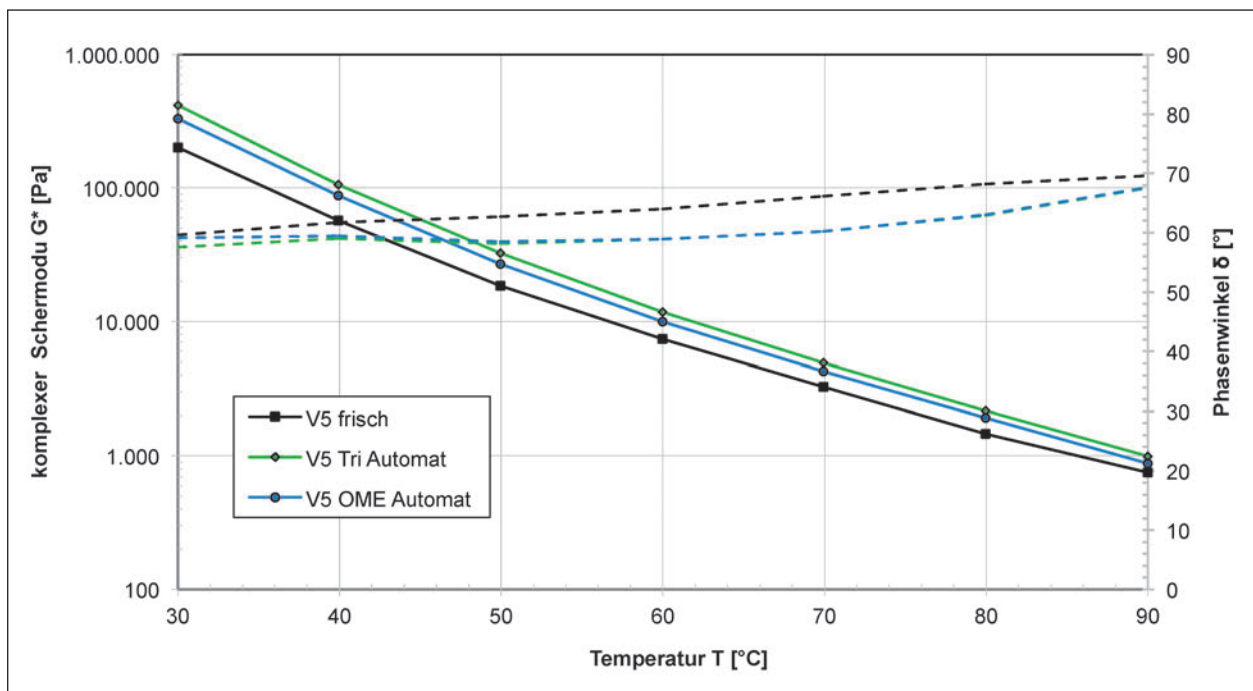


Bild 70: Temperaturabhängigkeit des komplexen Schermoduls und Phasenwinkels bei 1,59 Hz von polymermodifizierten Bitumen 40/100-65 A im frischen Zustand und nach Extraktion aus PA 8 mittels Tri und OME (Mittelwerte)

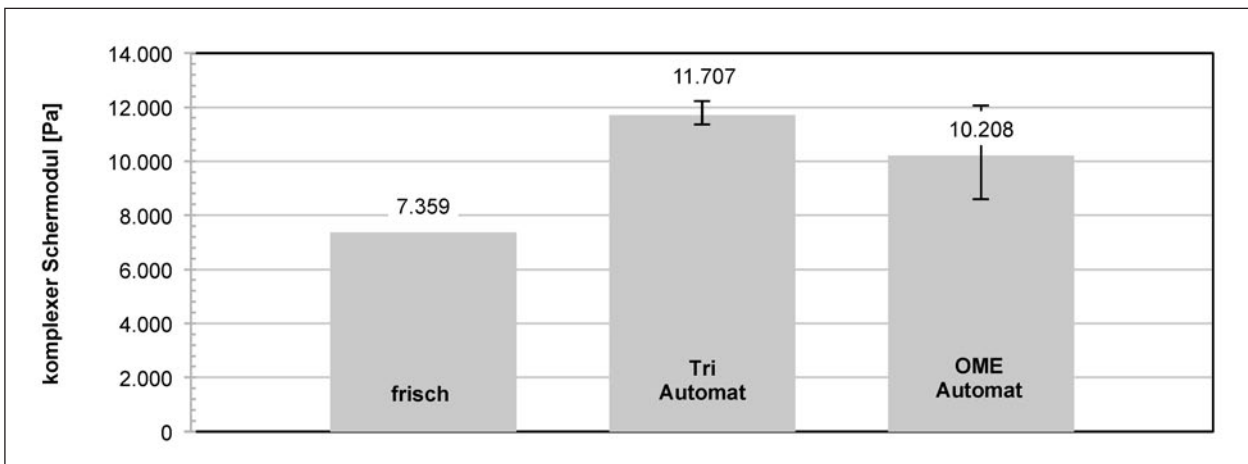


Bild 71: Komplexer Schermodul bei 60 °C und 1,59 Hz von polymermodifizierten Bitumen 40/100-65 A im frischen Zustand und nach Extraktion aus PA 8 mittels Tri und OME (Mittelwerte)

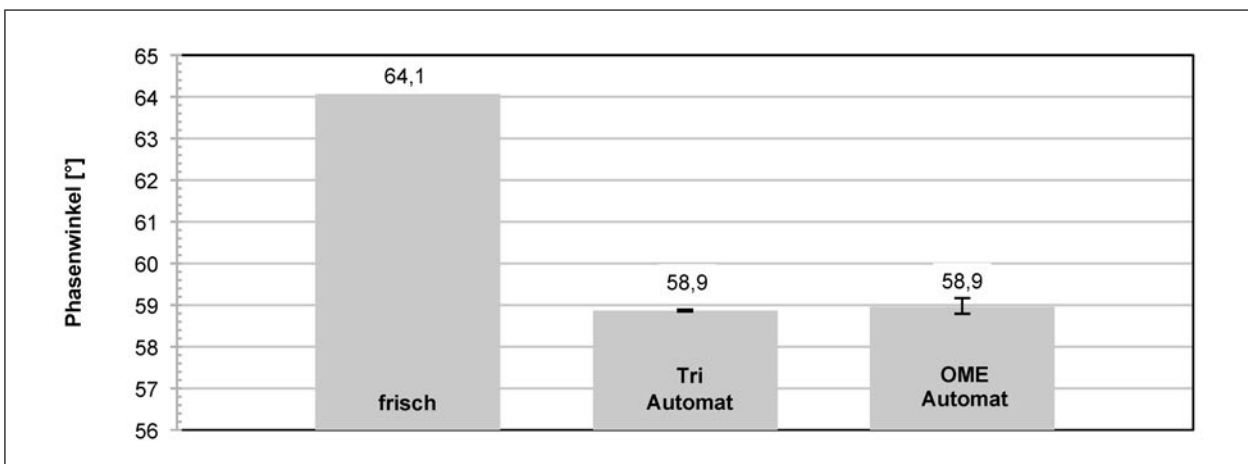


Bild 72: Phasenwinkel bei 60 °C und 1,59 Hz von polymermodifizierten Bitumen 40/100-65 A im frischen Zustand und nach Extraktion aus PA 8 mittels Tri und OME (Mittelwerte)

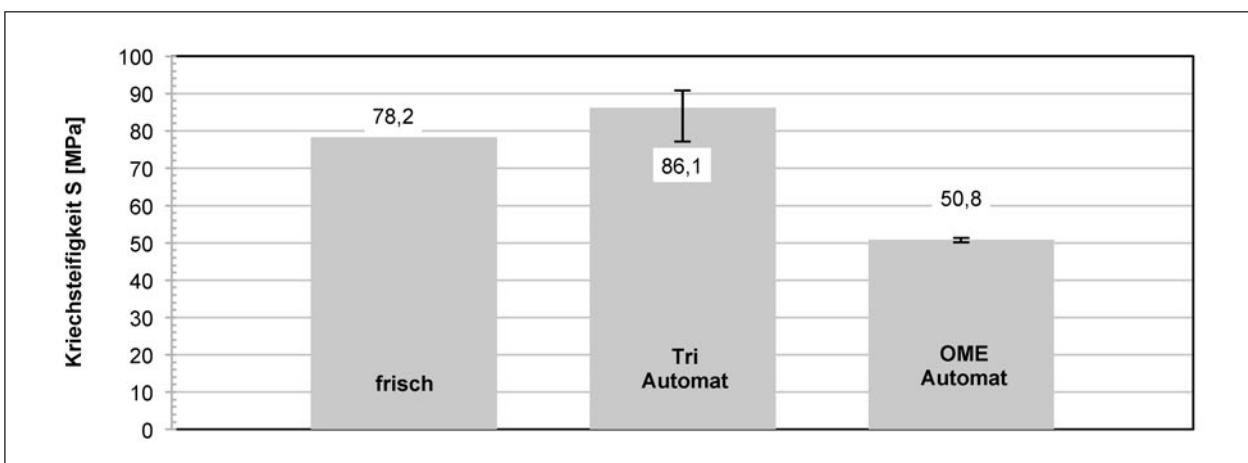


Bild 73: Biegekriechsteifigkeit bei -16 °C von polymermodifizierten Bitumen 40/100-65 A im frischen Zustand und nach Extraktion aus PA 8 mittels Tri und OME (Mittelwerte)

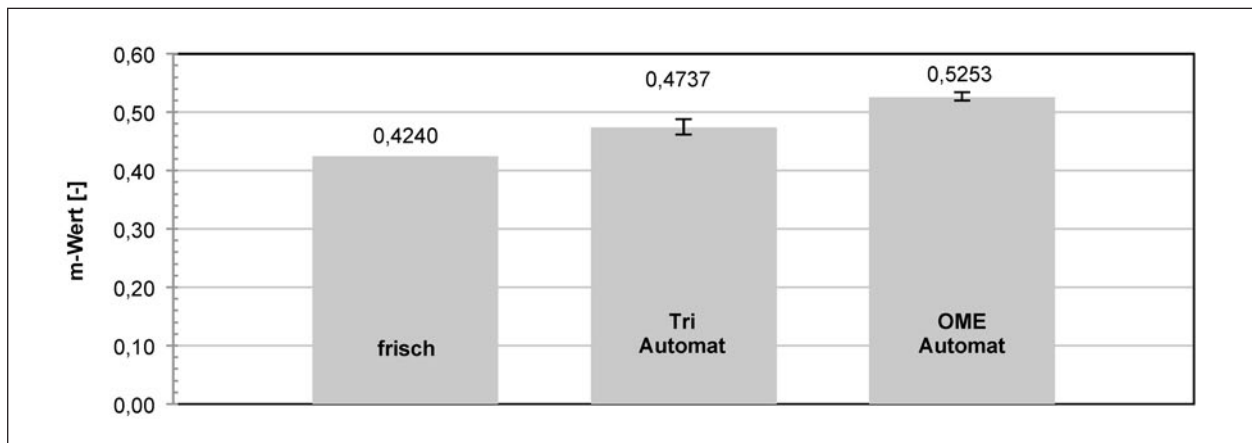


Bild 74: m-Wert bei -16 °C von polymermodifizierten Bitumen 40/100-65 A im frischen Zustand und nach Extraktion aus PA 8 mittels Tri und OME (Mittelwerte)

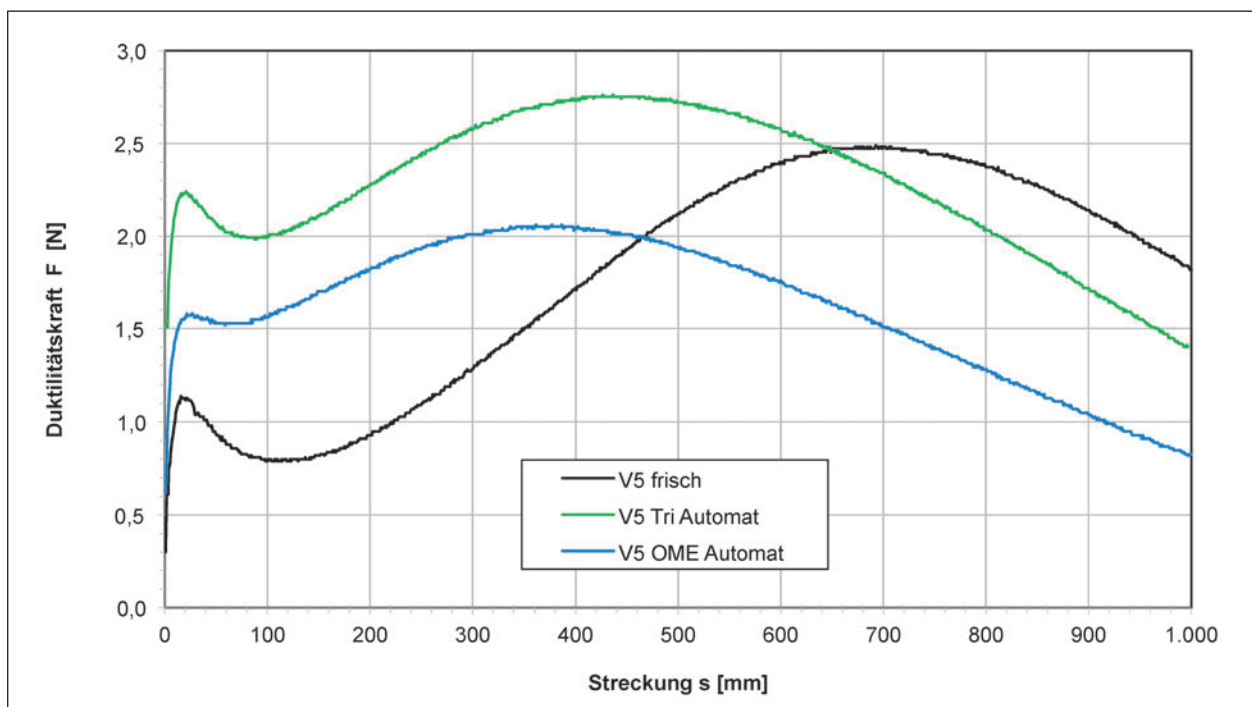


Bild 75: Kraft-Duktilitäts-Kurve bei 25 °C von polymermodifizierten Bitumen 40/100-65 A im frischen Zustand und nach Extraktion aus PA 8 mittels Tri und OME (Mittelwerte)

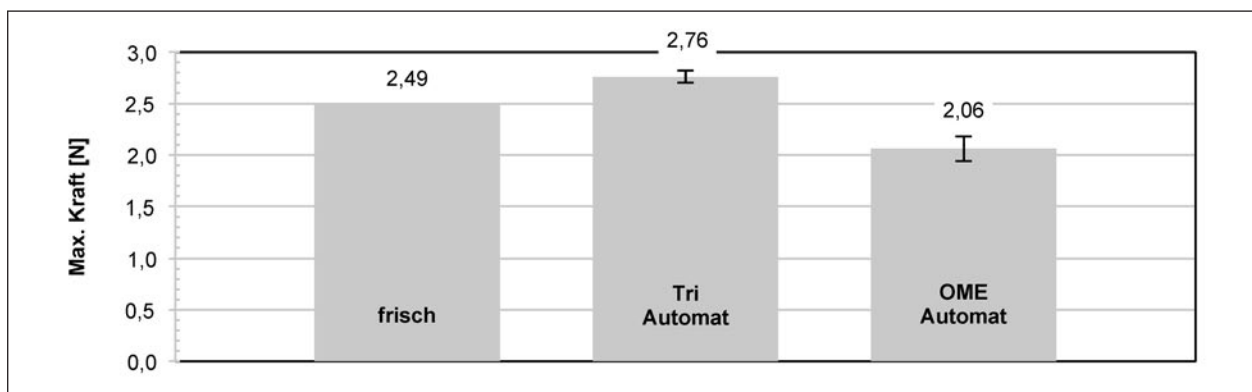


Bild 76: Maximale Kraft in der Kraft-Duktilitäts-Prüfung bei 25 °C von polymermodifizierten Bitumen 40/100-65 A im frischen Zustand und nach Extraktion aus PA 8 mittels Tri und OME (Mittelwerte)

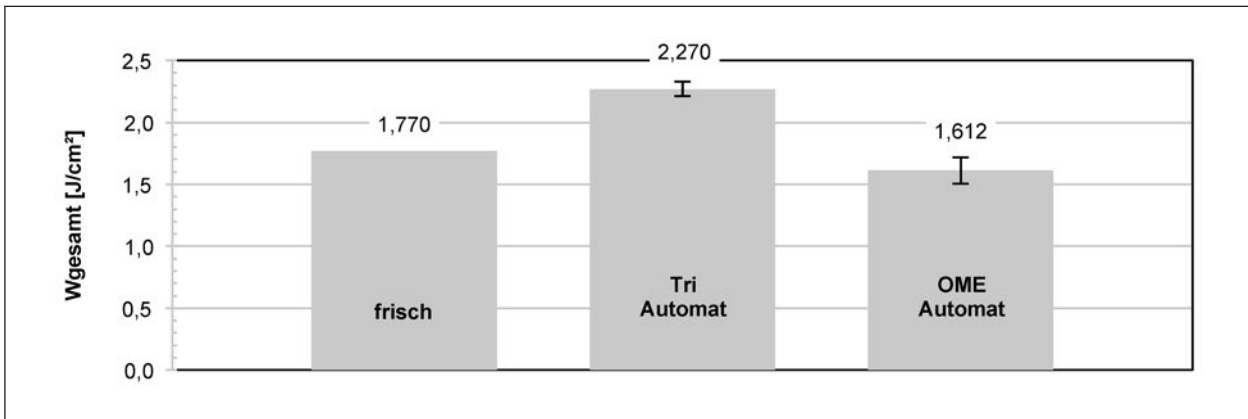


Bild 77: Gesamte Verformungsarbeit in der Kraft-Duktilitäts-Prüfung bei 25 °C von polymermodifizierten Bitumen 40/100-65 A im frischen Zustand und nach Extraktion aus PA 8 mittels Tri und OME (Mittelwerte)

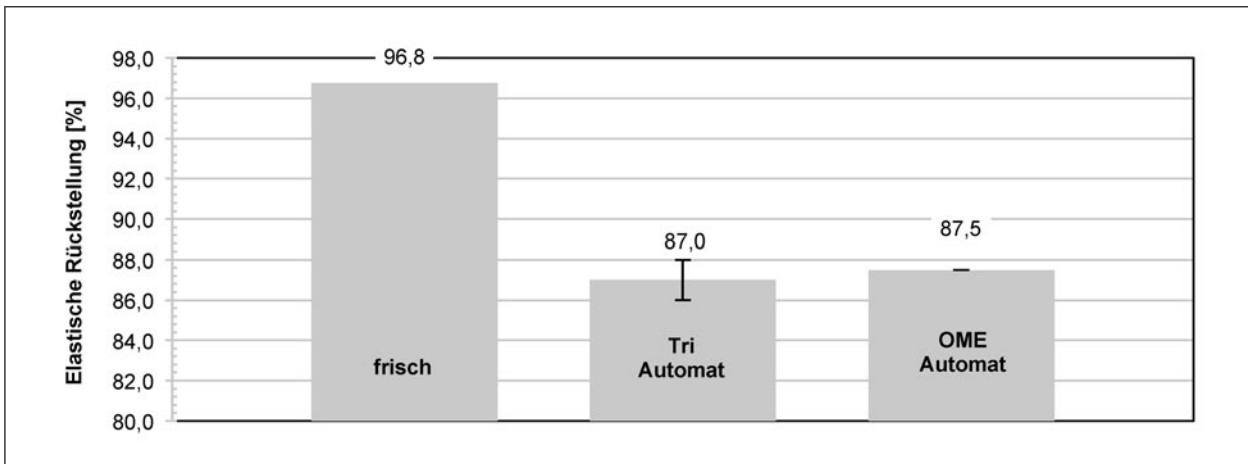


Bild 78: Elastische Rückstellung bei 25 °C des polymermodifizierten Bitumen 40/100-65 A im frischen Zustand und nach Extraktion aus PA 8 mittels Tri und OME (Mittelwerte)

25/55-55 A aus SMA 8 S (V9)

Erhobene Kenndaten aus durchgeführten Bitumenprüfungen sind in Tabelle 28 gegenübergestellt und in den Diagrammen (Bilder 79 bis 89) dargestellt.

V9_25/55-55 A aus SMA 8 S			frisch	Tri Automat	OME Automat
Kraftduktilität @ 25 °C	Duktilität [mm]		1.000	904	1.000
	Max. Kraft [N]		2,2	5,85	2,11
	Verformungsarbeit	W_{gesamt} [J/cm ²]	0,8133	1,7664	0,7787
		$W_{0-0,2m}$ [J/cm ²]	0,2302	0,6860	0,2511
$W_{0,2-0,4m}$ [J/cm ²]		0,1753	0,5220	0,1897	
Erweichungspunkt RuK [°C]			56,8	61,9	56,5
Nadelpenetration [mm/10]			47,3	33,3	51,7
Elastische Rückstellung [%]			73,5	71,5	71,5
DSR 60 °C, 1,59 Hz	Phasenwinkel [°]		73,1	69,4	72,4
	komplexer Schermodul [Pa]		6.376	12.347	6.291
BBR -16 °C	Kriechsteifigkeit S [MPa]		121,9	191,4	112,8
	m-Wert [-]		0,4913	0,3697	0,4747
MSCRT 60 °C	prozentuale Rückbildung	R_{100} [%]	44,1	49,7	38,5
		R_{1600} [%]	38,5	47,0	31,5
		R_{3200} [%]	31,0	42,0	25,4
	verbleibende Kriechdehnung	$J_{nr 100}$ [kPa ⁻¹]	0,6440	0,2656	0,6913
		$J_{nr 1600}$ [kPa ⁻¹]	0,7504	0,2865	0,8147
		$J_{nr 3200}$ [kPa ⁻¹]	0,8945	0,3275	0,9395

Tab. 28: Übersicht über erhobene Bitumenkenndaten am polymermodifiziertem Bitumen 25/55-55 A

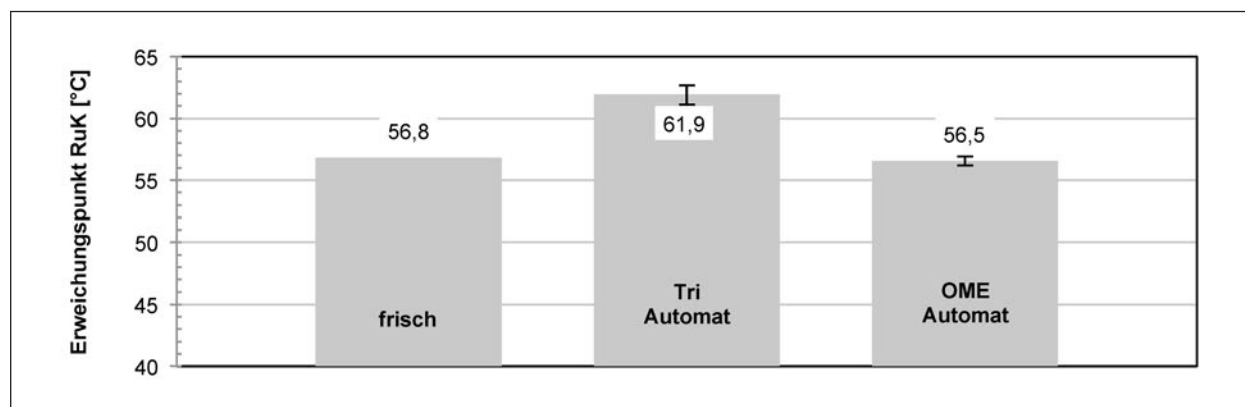


Bild 79: Erweichungspunkt Ring und Kugel von polymermodifizierten Bitumen 25/55-55 A im frischen Zustand und nach Extraktion aus SMA 8 S mittels Tri und OME (Mittelwerte)

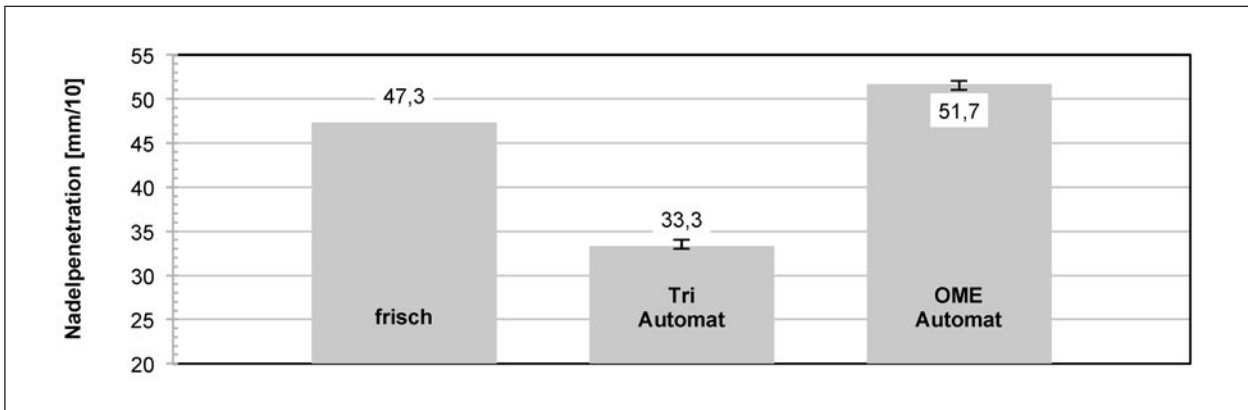


Bild 80: Nadelpenetration von polymermodifizierten Bitumen 25/55-55 A im frischen Zustand und nach Extraktion aus SMA 8 S mittels Tri und OME (Mittelwerte)

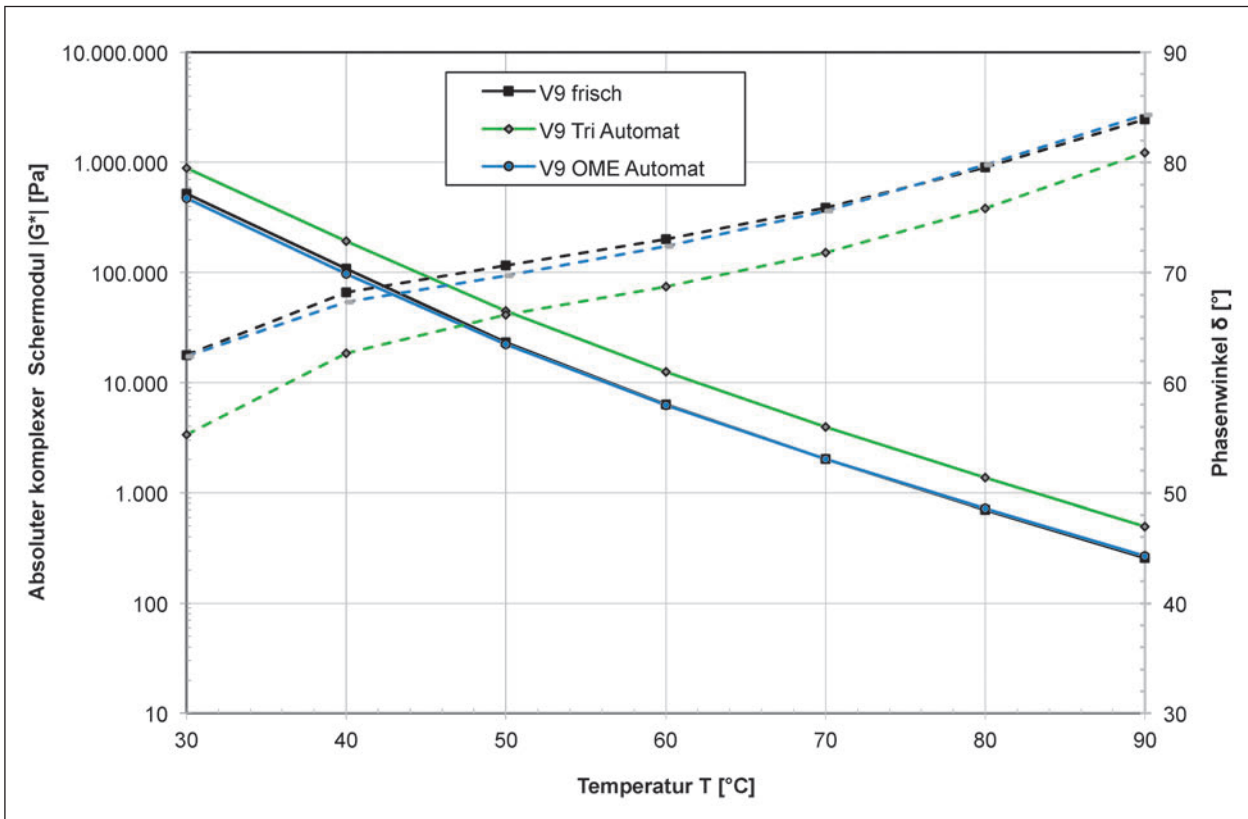


Bild 81: Temperaturabhängigkeit des komplexen Schermoduls und Phasenwinkels bei 1,59 Hz von polymermodifizierten Bitumen 25/55-55 A im frischen Zustand und nach Extraktion aus SMA 8 S mittels Tri und OME (Mittelwerte)

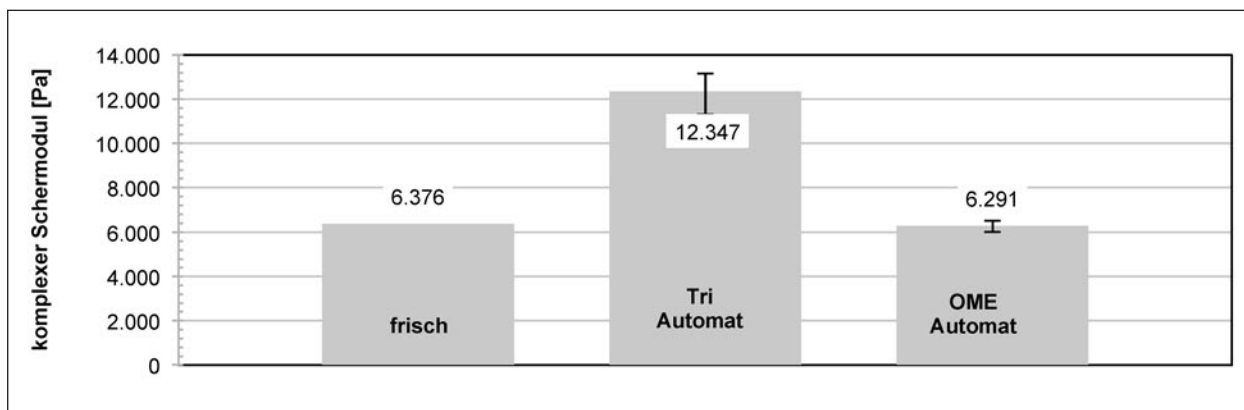


Bild 82: Komplexer Schermodul bei 60 °C und 1,59 Hz von polymermodifizierten Bitumen 25/55-55 A im frischen Zustand und nach Extraktion aus SMA 8 S mittels Tri und OME (Mittelwerte)

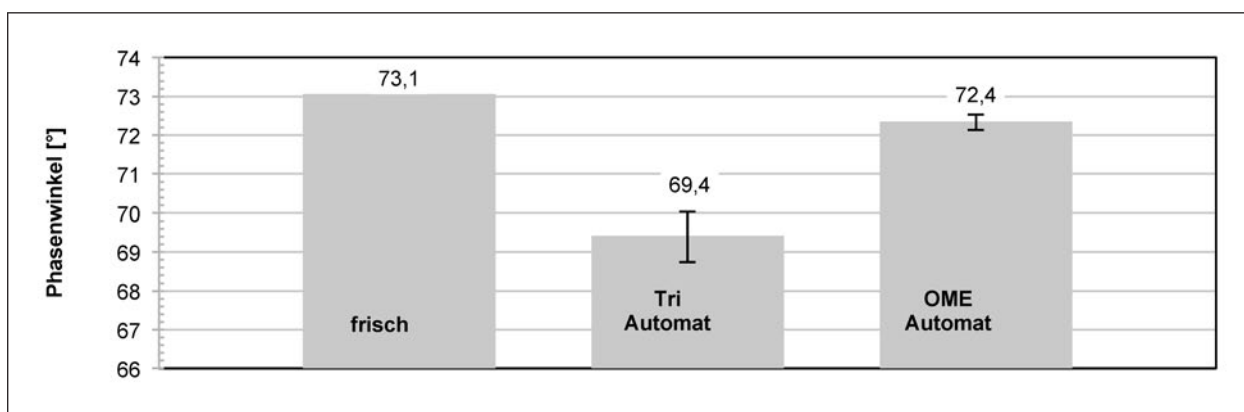


Bild 83: Phasenwinkel bei 60 °C und 1,59 Hz von polymermodifizierten Bitumen 25/55-55 A im frischen Zustand und nach Extraktion aus SMA 8 S mittels Tri und OME (Mittelwerte)

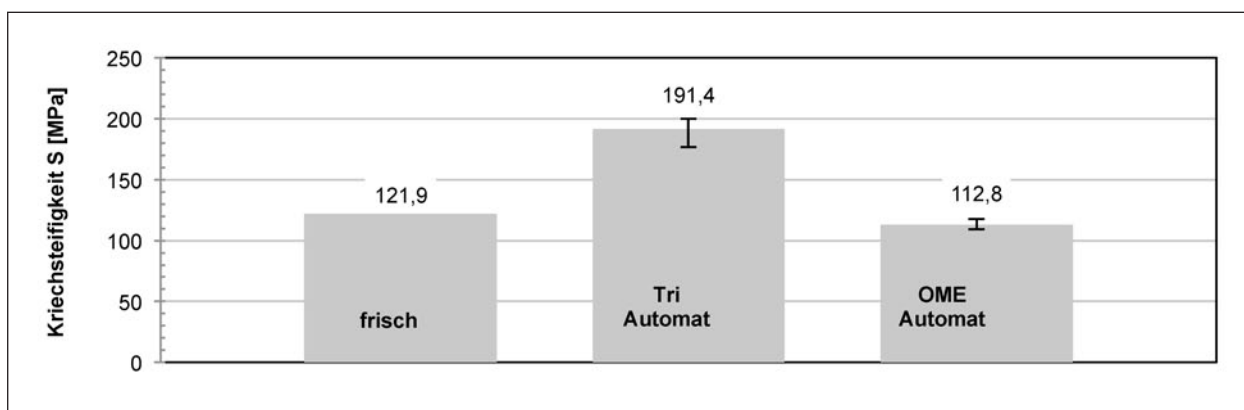


Bild 84: Biegekriechsteifigkeit bei -16 °C von polymermodifizierten Bitumen 25/55-55 A im frischen Zustand und nach Extraktion aus SMA 8 S mittels Tri und OME (Mittelwerte)

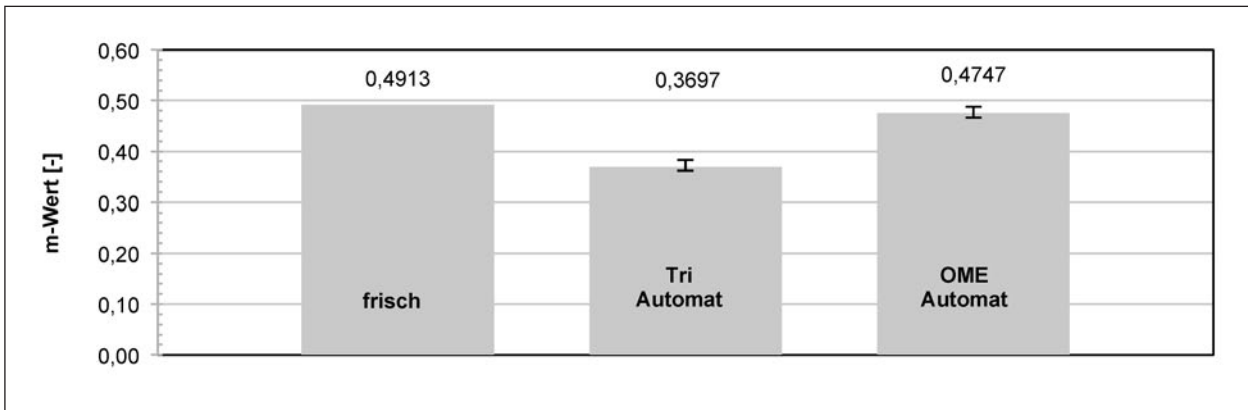


Bild 85: m-Wert bei -16 °C von polymermodifizierten Bitumen 25/55-55 A im frischen Zustand und nach Extraktion aus SMA 8 S mittels Tri und OME (Mittelwerte)

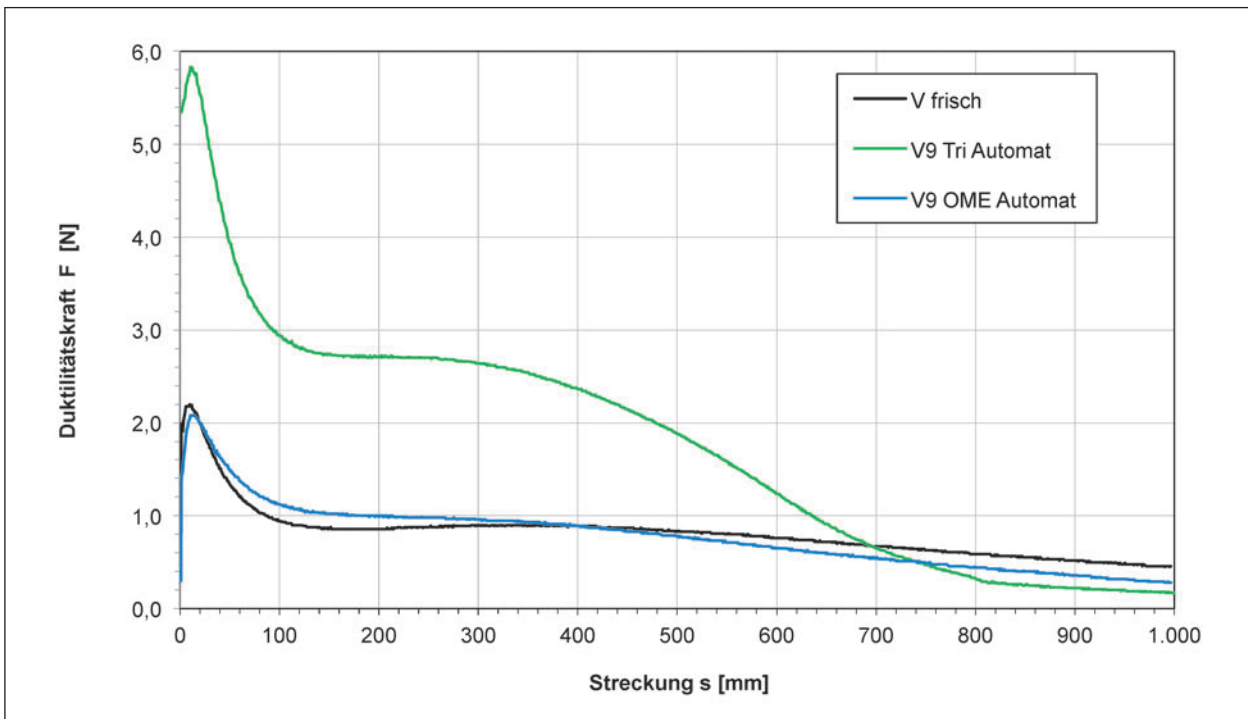


Bild 86: Kraft-Duktilitäts-Kurve bei 25 °C von polymermodifizierten Bitumen 25/55-55 A im frischen Zustand und nach Extraktion aus SMA 8 S mittels Tri und OME (Mittelwerte)

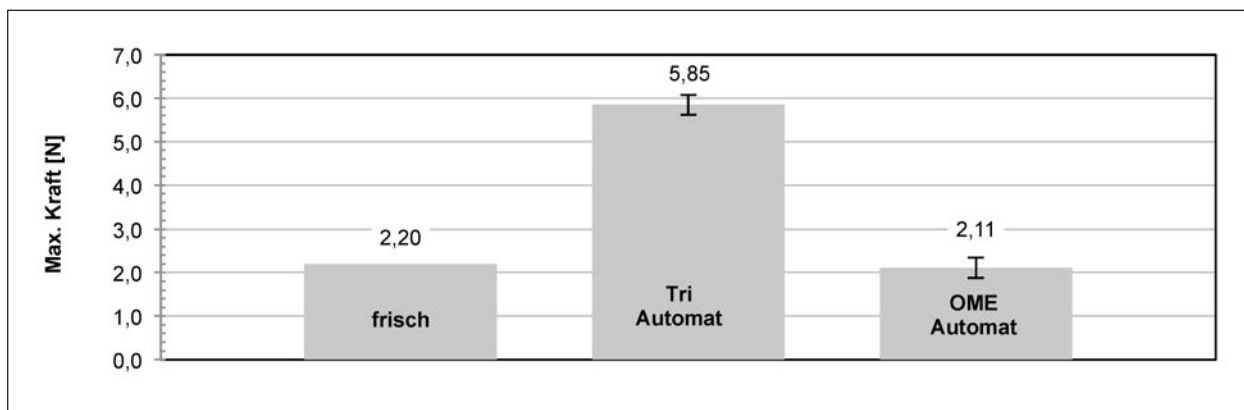


Bild 87: Maximale Kraft in der Kraft-Duktilitäts-Prüfung bei 25 °C von polymermodifizierten Bitumen 25/55-55 A im frischen Zustand und nach Extraktion aus SMA 8 S mittels Tri und OME (Mittelwerte)

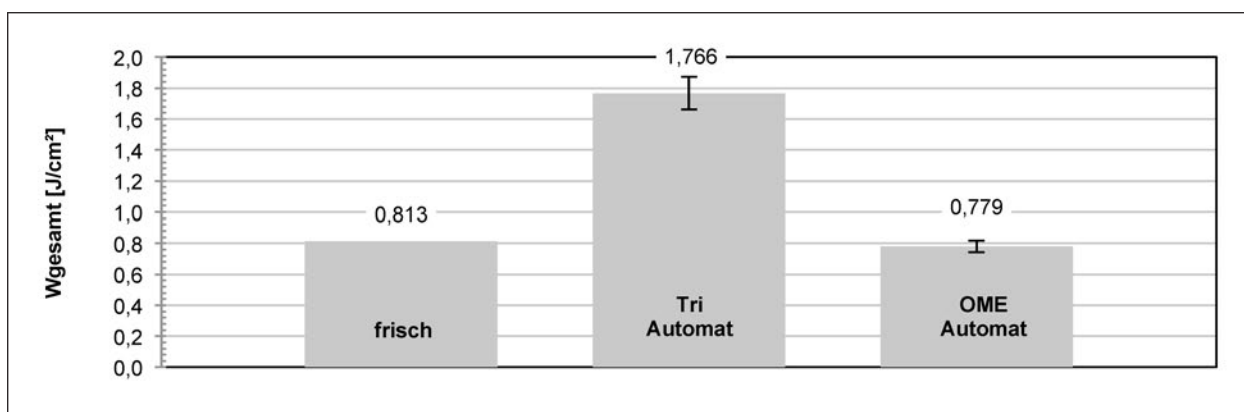


Bild 88: Gesamte Verformungsarbeit in der Kraft-Duktilitäts-Prüfung bei 25 °C von polymermodifizierten Bitumen 25/55-55 A im frischen Zustand und nach Extraktion aus SMA 8 S mittels Tri und OME (Mittelwerte)

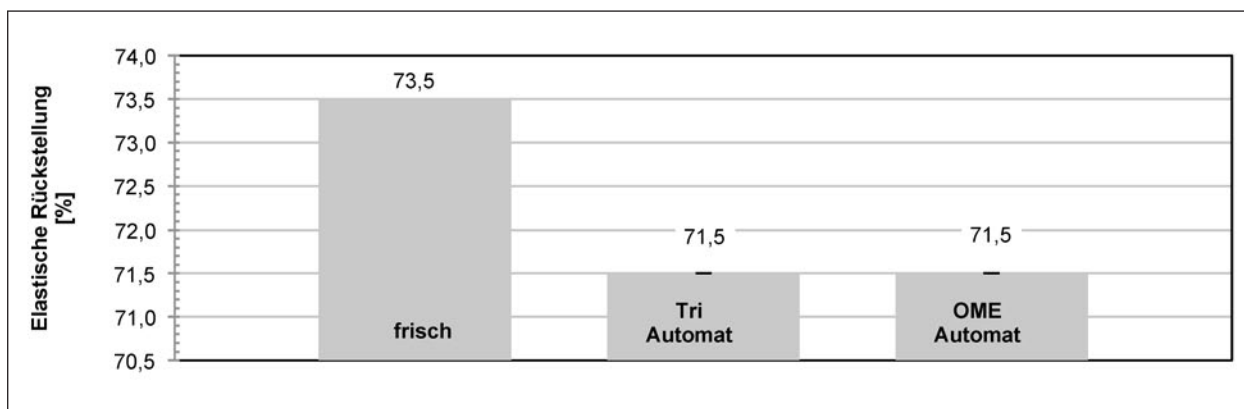


Bild 89: Elastische Rückstellung bei 25 °C des polymermodifizierten Bitumen 25/55-55 A im frischen Zustand und nach Extraktion aus SMA 8 S mittels Tri und OME (Mittelwerte)

50/70 aus AC 11 D S (V4)

Erhobene Kenndaten aus durchgeführten Bitumenprüfungen sind in Tabelle 29 gegenübergestellt und in den Diagrammen (Bilder 90 bis 99) dargestellt.

V4_50/70 aus AC 11 D S			frisch	Tri Automat	OME Heiß	OME Automat
Kraftduktilität @ 25 °C	Duktilität [mm]		1.000	1.000	1.000	1.000
	Max. Kraft [N]		1,50	4,46	2,14	1,67
	Verformungsarbeit	W_{gesamt} [J/cm ²]	0,107	0,405	0,177	0,1300
		$W_{0-0,2m}$ [J/cm ²]	0,096	0,331	0,143	0,1054
$W_{0,2-0,4m}$ [J/cm ²]		0,008	0,041	0,017	0,0117	
Erweichungspunkt RuK [°C]			52,7	56,5	52,0	50,4
Nadelpenetration [mm/10]			50,0	36,3	50,7	54,0
DSR 60 °C, 1,59 Hz	Phasenwinkel [°]		82,6	78,1	81,1	83,5
	komplexer Schermodul [Pa]		4.902	8.620	4.624	3.414
BBR -16 °C	Kriechsteifigkeit S [MPa]		154,2	185,8	87,5	145,3
	m-Wert [-]		0,4263	0,3857	0,5203	0,4303

Tab. 29: Übersicht über erhobene Bitumenkenndaten am Straßenbaubitumen 50/70

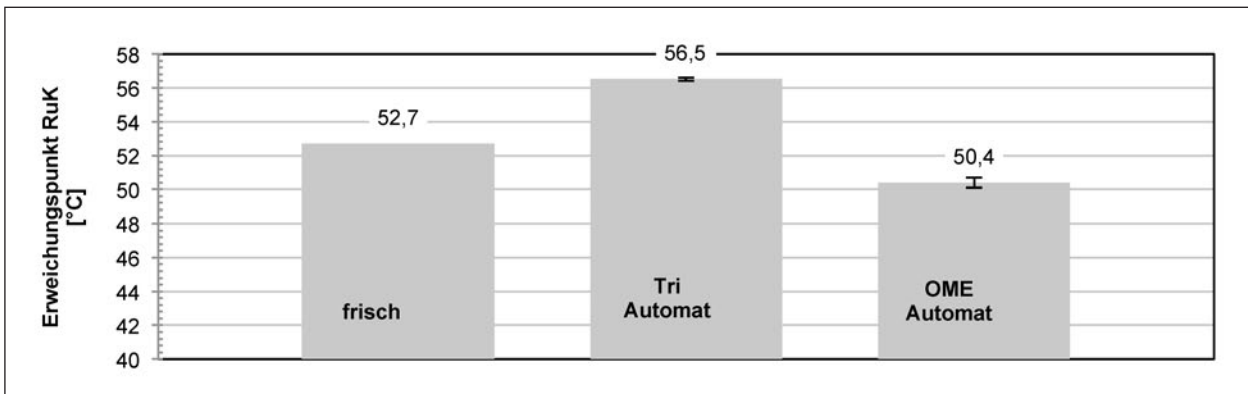


Bild 90: Erweichungspunkt Ring und Kugel von Straßenbaubitumen 50/70 im frischen Zustand und nach Extraktion aus AC 11 D S mittels Tri und OME (Mittelwerte)

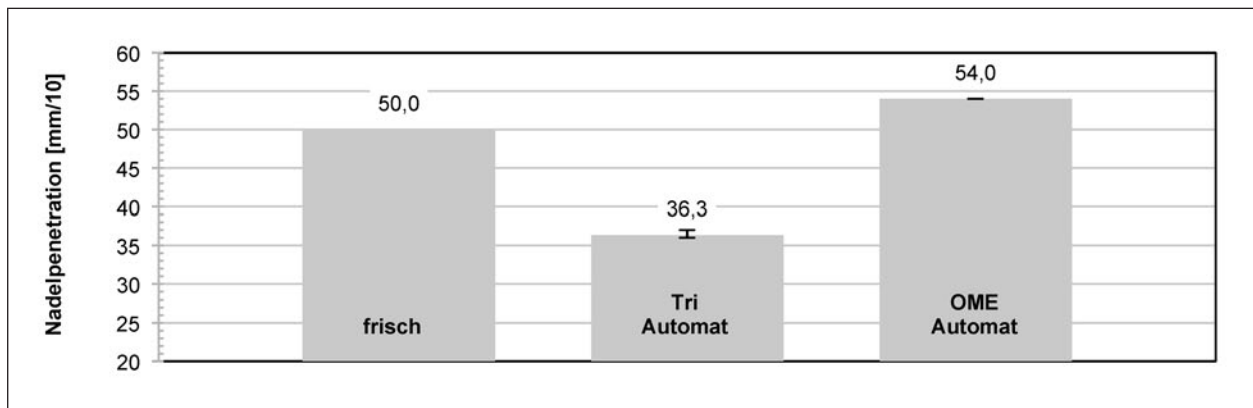


Bild 91: Nadelpenetration von Straßenbaubitumen 50/70 im frischen Zustand und nach Extraktion aus AC 11 D S mittels Tri und OME (Mittelwerte)

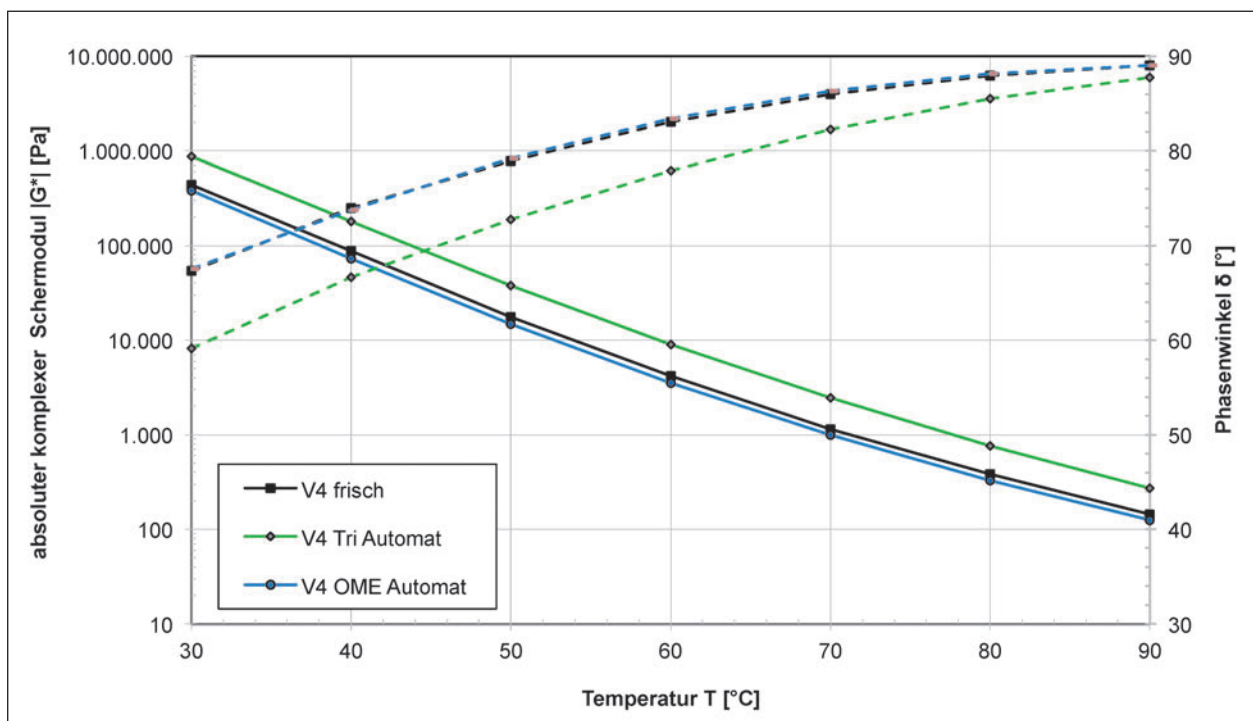


Bild 92: Temperaturabhängigkeit des komplexen Schermoduls und Phasenwinkels bei 1,59 Hz von Straßenbaubitumen 50/70 im frischen Zustand und nach Extraktion aus AC 11 D S mittels Tri und OME (Mittelwerte)

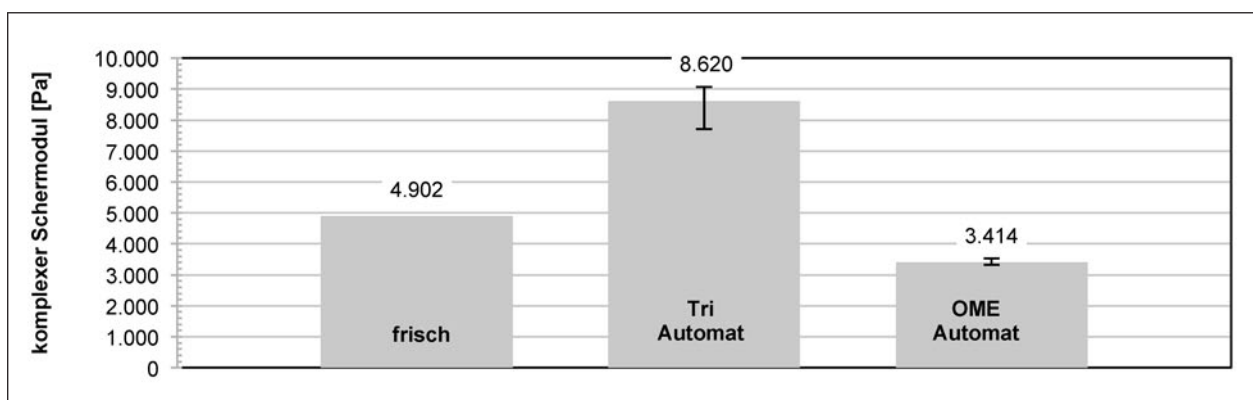


Bild 93: Komplexer Schermodul bei 60 °C und 1,59 Hz von Straßenbaubitumen 50/70 im frischen Zustand und nach Extraktion aus AC 11 D S mittels Tri und OME (Mittelwerte)

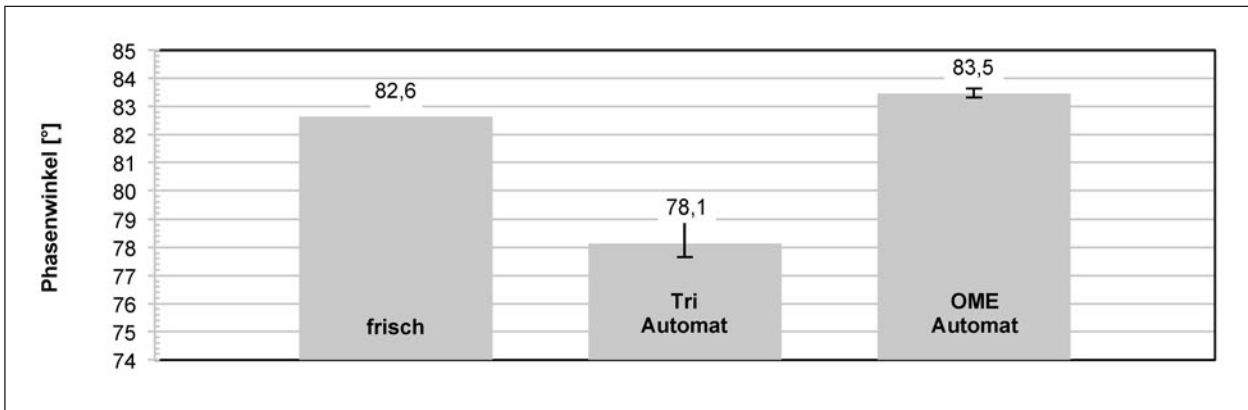


Bild 94: Phasenwinkel bei 60 °C und 1,59 Hz von Straßenbaubitumen 50/70 im frischen Zustand und nach Extraktion aus AC 11 D S mittels Tri und OME (Mittelwerte)

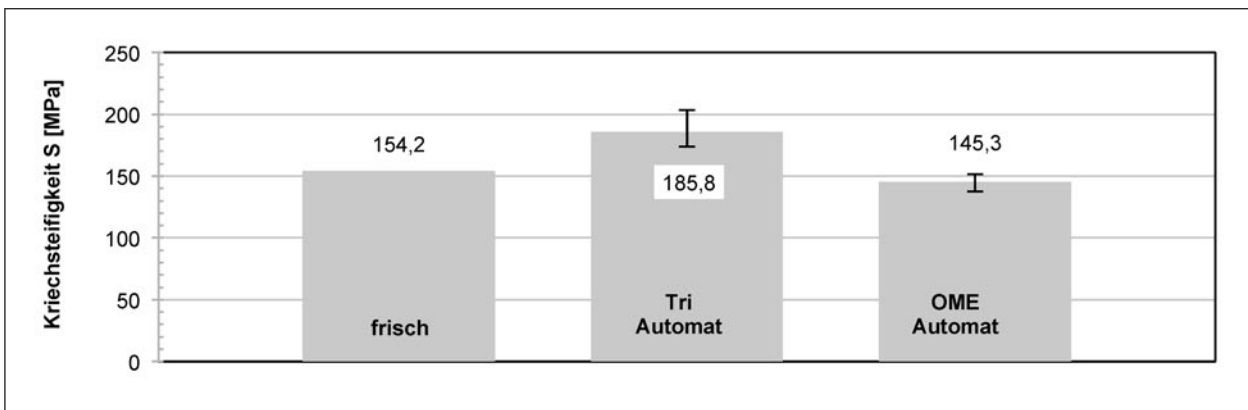


Bild 95: Biegekriechsteifigkeit bei -16 °C von Straßenbaubitumen 50/70 im frischen Zustand und nach Extraktion aus AC 11 D S mittels Tri und OME (Mittelwerte)

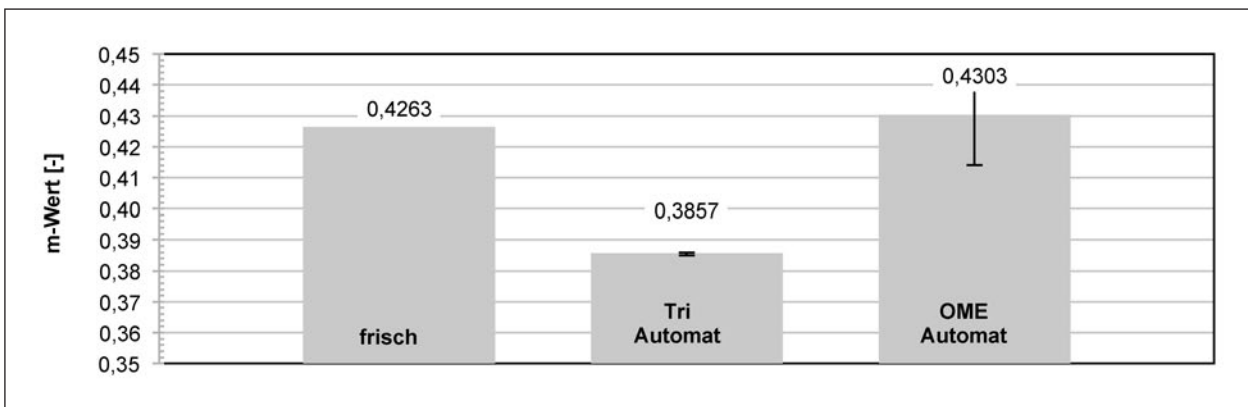


Bild 96: m-Wert bei -16 °C von Straßenbaubitumen 50/70 im frischen Zustand und nach Extraktion aus AC 11 D S mittels Tri und OME (Mittelwerte)

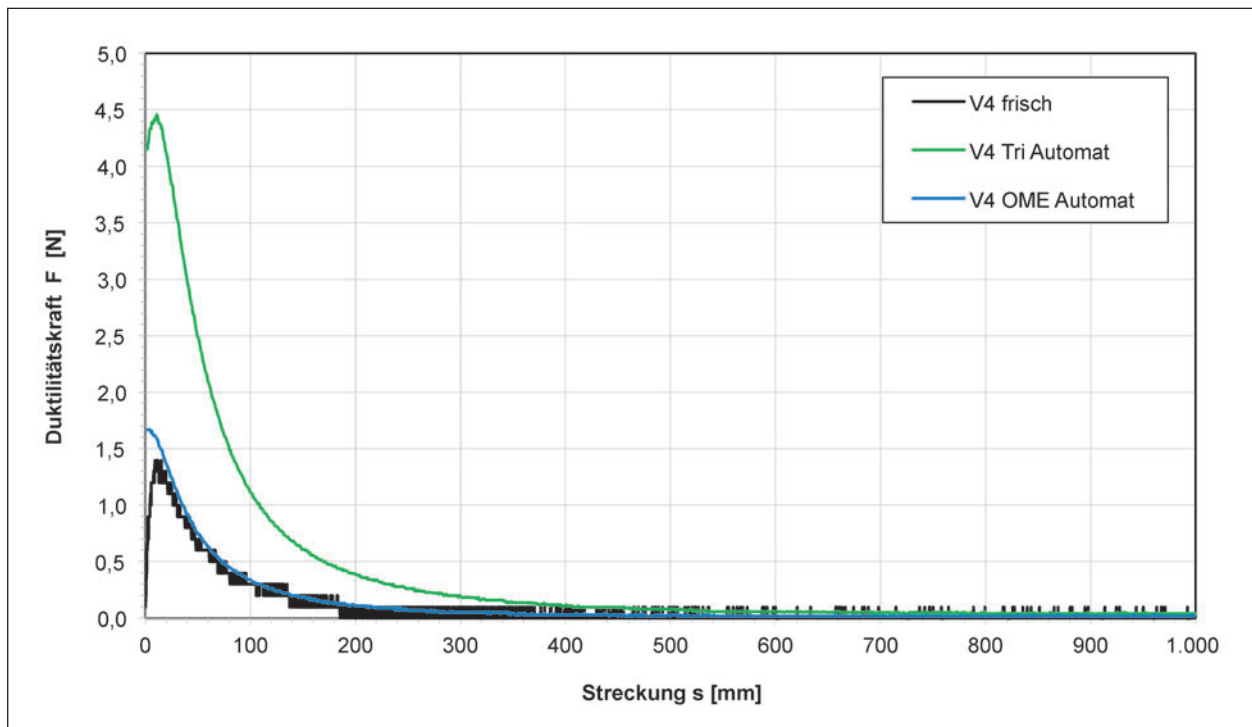


Bild 97: Kraft-Duktilitäts-Kurve bei 25 °C von Straßenbaubitumen 50/70 im frischen Zustand und nach Extraktion aus AC 11 D S mittels Tri und OME (Mittelwerte)

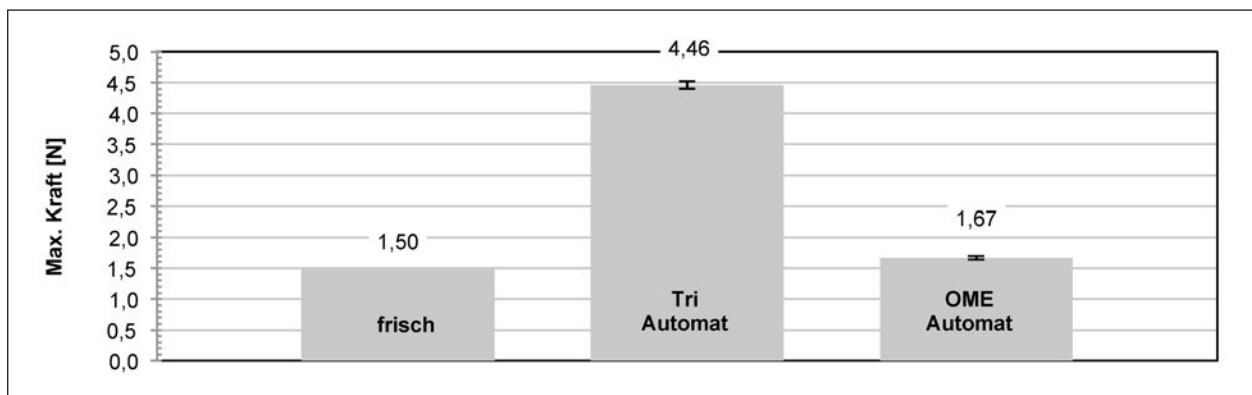


Bild 98: Maximale Kraft in der Kraft-Duktilitäts-Prüfung bei 25 °C von Straßenbaubitumen 50/70 im frischen Zustand und nach Extraktion aus AC 11 D S mittels Tri und OME (Mittelwerte)

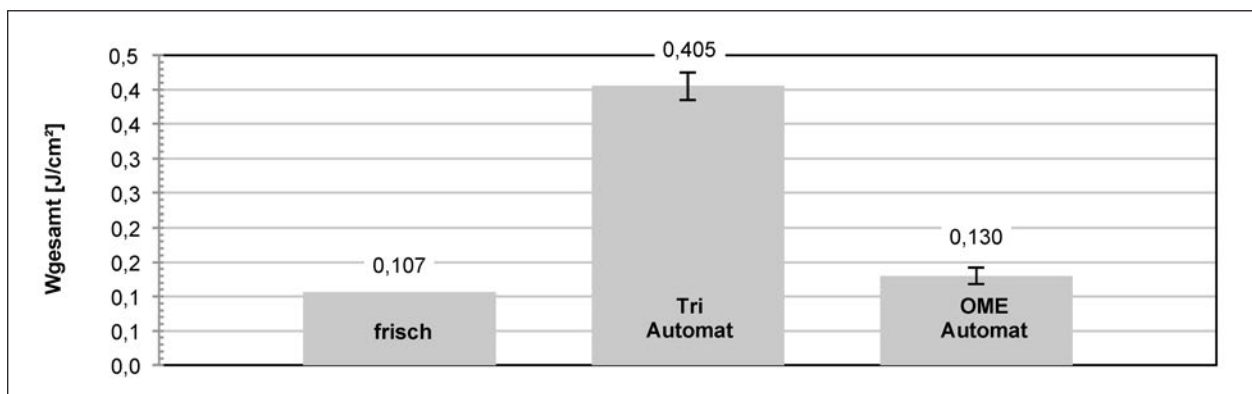


Bild 99: Gesamte Verformungsarbeit in der Kraft-Duktilitäts-Prüfung bei 25 °C von Straßenbaubitumen 50/70 im frischen Zustand und nach Extraktion aus AC 11 D S mittels Tri und OME (Mittelwerte)

25/55-55 A aus SMA 11 S (V6)

Erhobene Kenndaten aus durchgeführten Bitumenprüfungen werden in Tabelle 30 gegenübergestellt und in den Diagrammen (Bilder 100 bis 110) dargestellt.

V6_25/55-55 RC aus SMA 11 S			frisch	Tri Automat	OME Heiß	OME Automat
Kraftduktilität @ 25 °C	Duktilität [mm]		1.000	855	1.000	1.000
	Max. Kraft [N]		1,77	5,98	1,67	5,12
	Verformungsarbeit	W_{gesamt} [J/cm ²]	1,2135	2,2227	0,7070	1,5461
		$W_{0-0,2m}$ [J/cm ²]	0,2655	0,9237	0,2775	0,6015
$W_{0,2-0,4m}$ [J/cm ²]		0,2739	0,7645	0,2205	0,4777	
Erweichungspunkt RuK [°C]			58,3	64,1	59,5	62,3
Nadelpenetration [mm/10]			51,7	33,3	43,3	35,3
Elastische Rückstellung [%]			80,3	74,8	70,3	76,0
DSR 60 °C, 1,59 Hz	Phasenwinkel [°]		68,1	66,1	69,0	68,0
	komplexer Schermodul [Pa]		5.799	12.582	8.108	10.760
BBR -16 °C	Kriechsteifigkeit S [MPa]		171,5	162,1	112,5	140,8
	m-Wert [-]		0,4270	0,4500	0,5030	0,4593
MSCRT 60 °C	prozentuale Rückbildung	R_{100} [%]	52,0	59,7	44,6	53,8
		R_{1600} [%]	46,1	58,3	40,4	51,2
		R_{3200} [%]	40,3	55,9	35,3	45,8
	verbleibende Kriechdehnung	$J_{nr 100}$ [kPa ⁻¹]	0,5698	0,1984	0,4247	0,2667
		$J_{nr 1600}$ [kPa ⁻¹]	0,6542	0,2060	0,4618	0,2851
		$J_{nr 3200}$ [kPa ⁻¹]	0,7510	0,2217	0,5156	0,3304

Tab. 30: Übersicht über erhobene Bitumenkenndaten am polymermodifiziertem Bitumen 25/55-55 A

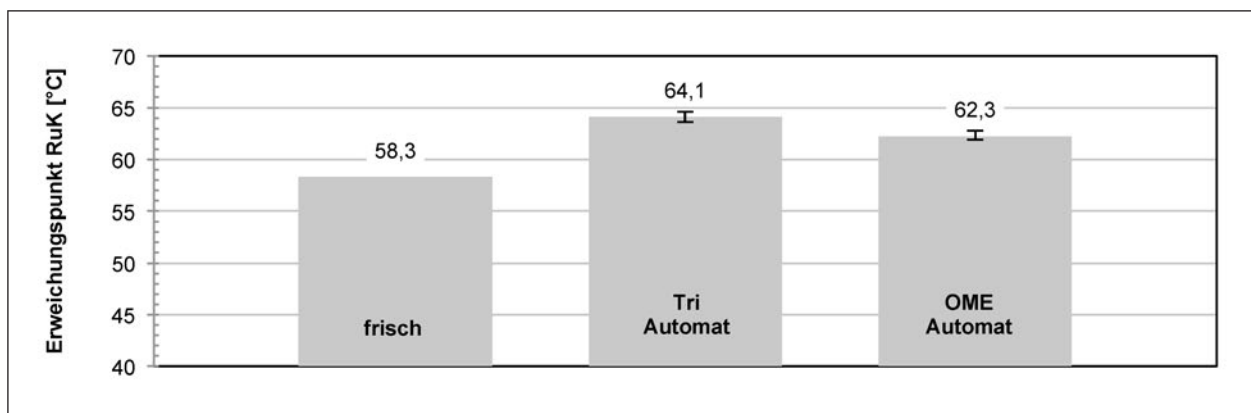


Bild 100: Erweichungspunkt Ring und Kugel von polymermodifizierten Bitumen 25/55-55 A im frischen Zustand und nach Extraktion aus SMA 11 S mittels Tri und OME (Mittelwerte und Spannweite)

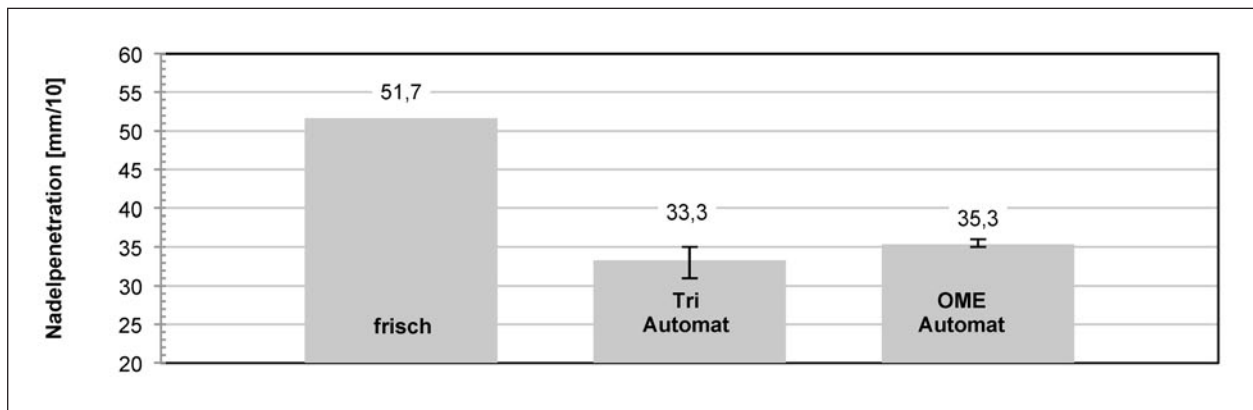


Bild 101: Nadelpenetration von polymermodifizierten Bitumen 25/55-55 A im frischen Zustand und nach Extraktion aus SMA 11 S mittels Tri und OME (Mittelwerte und Spannweite)

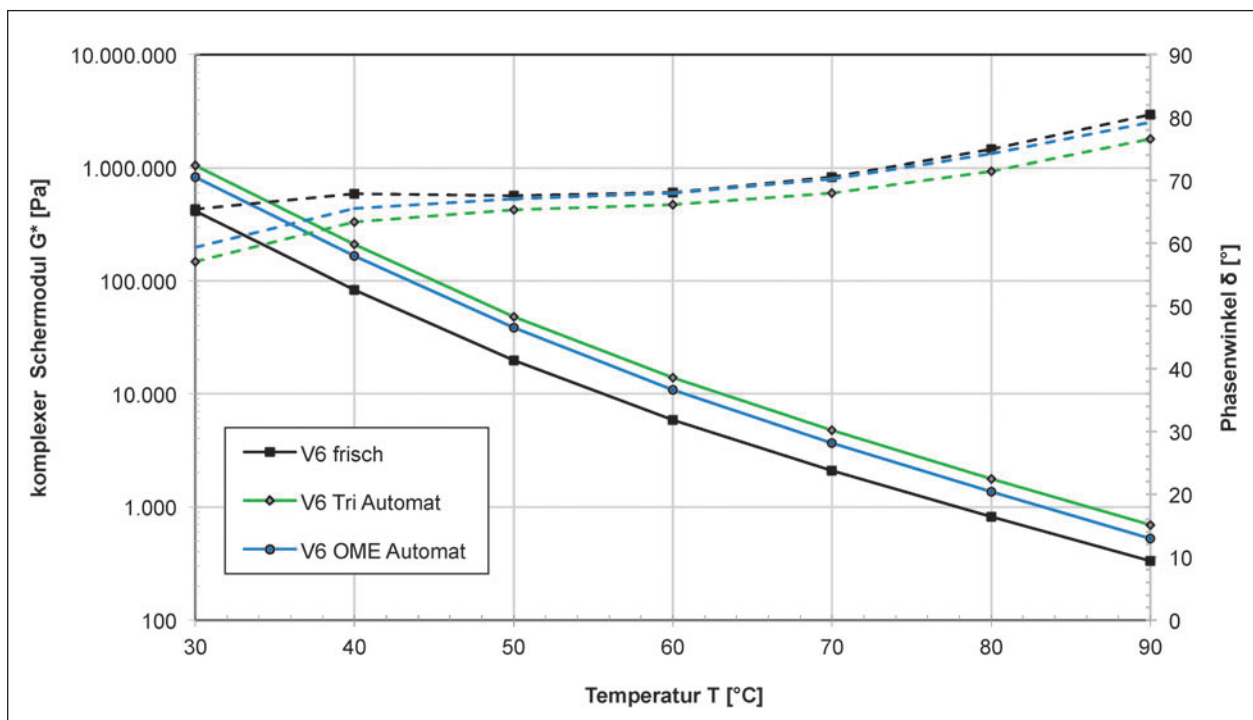


Bild 102: Temperaturabhängigkeit des komplexen Schermoduls und Phasenwinkels bei 1,59 Hz von polymermodifizierten Bitumen 25/55-55 A im frischen Zustand und nach Extraktion aus SMA 11 S mittels Tri und OME (Mittelwerte)

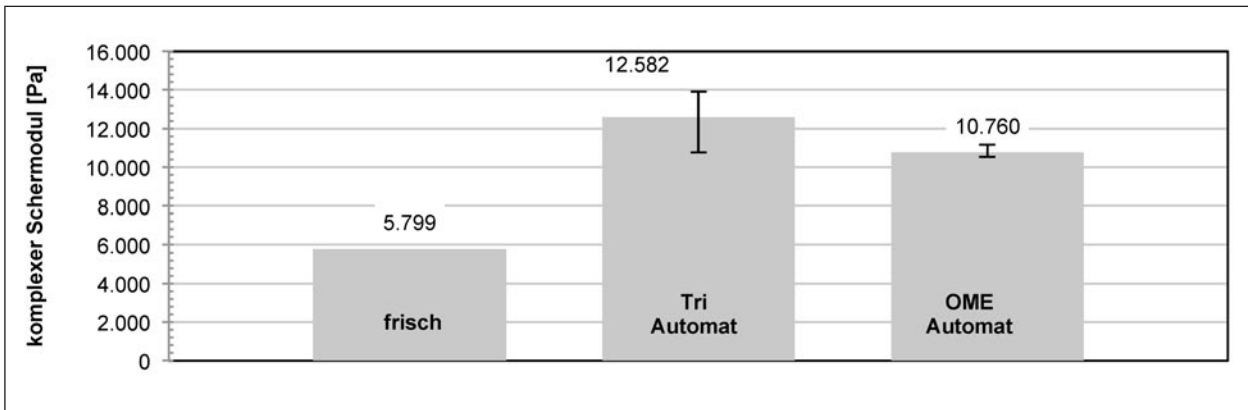


Bild 103: Komplexer Schermodul bei 60 °C und 1,59 Hz von polymermodifizierten Bitumen 25/55-55 A im frischen Zustand und nach Extraktion aus SMA 11 S mittels Tri und OME (Mittelwerte und Spannweite)

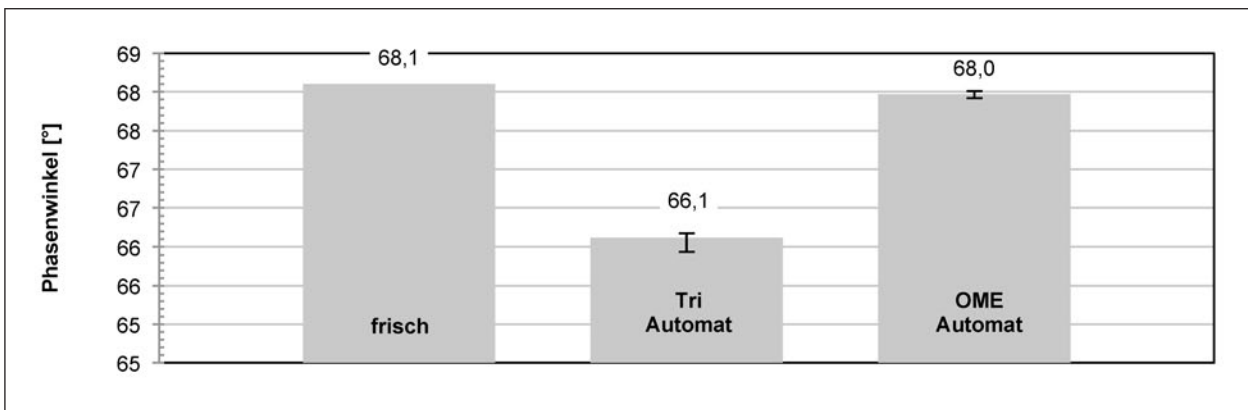


Bild 104: Phasenwinkel bei 60 °C und 1,59 Hz von polymermodifizierten Bitumen 25/55-55 A im frischen Zustand und nach Extraktion aus SMA 11 S mittels Tri und OME (Mittelwerte)

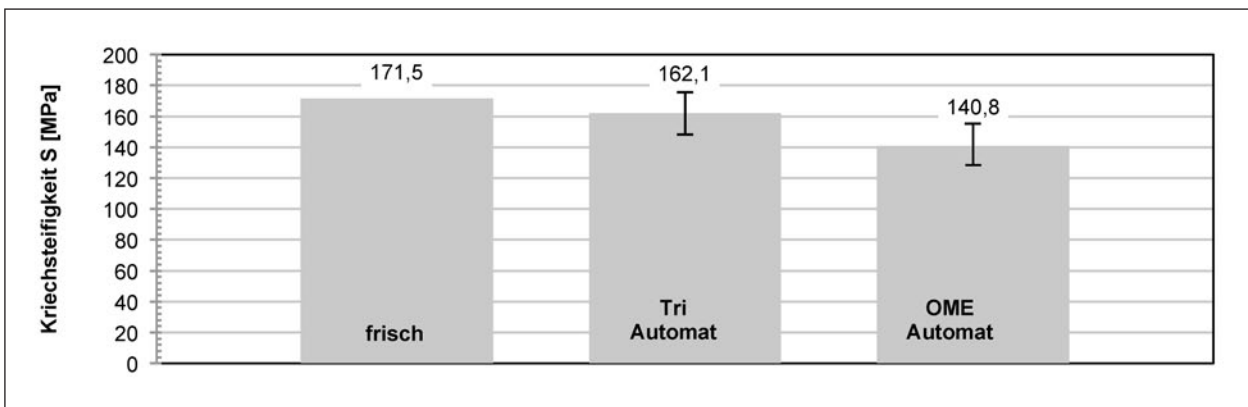


Bild 105: Biegekriechsteifigkeit bei -16 °C von polymermodifizierten Bitumen 25/55-55 A im frischen Zustand und nach Extraktion aus SMA 11 S mittels Tri und OME (Mittelwerte)

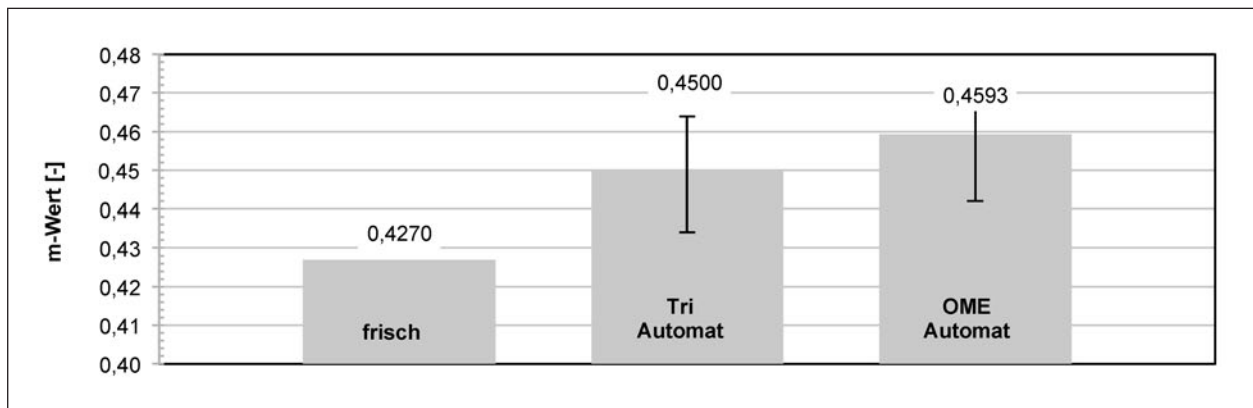


Bild 106: m-Wert bei -16 °C von polymermodifizierten Bitumen 25/55-55 A im frischen Zustand und nach Extraktion aus SMA 11 S mittels Tri und OME (Mittelwerte)

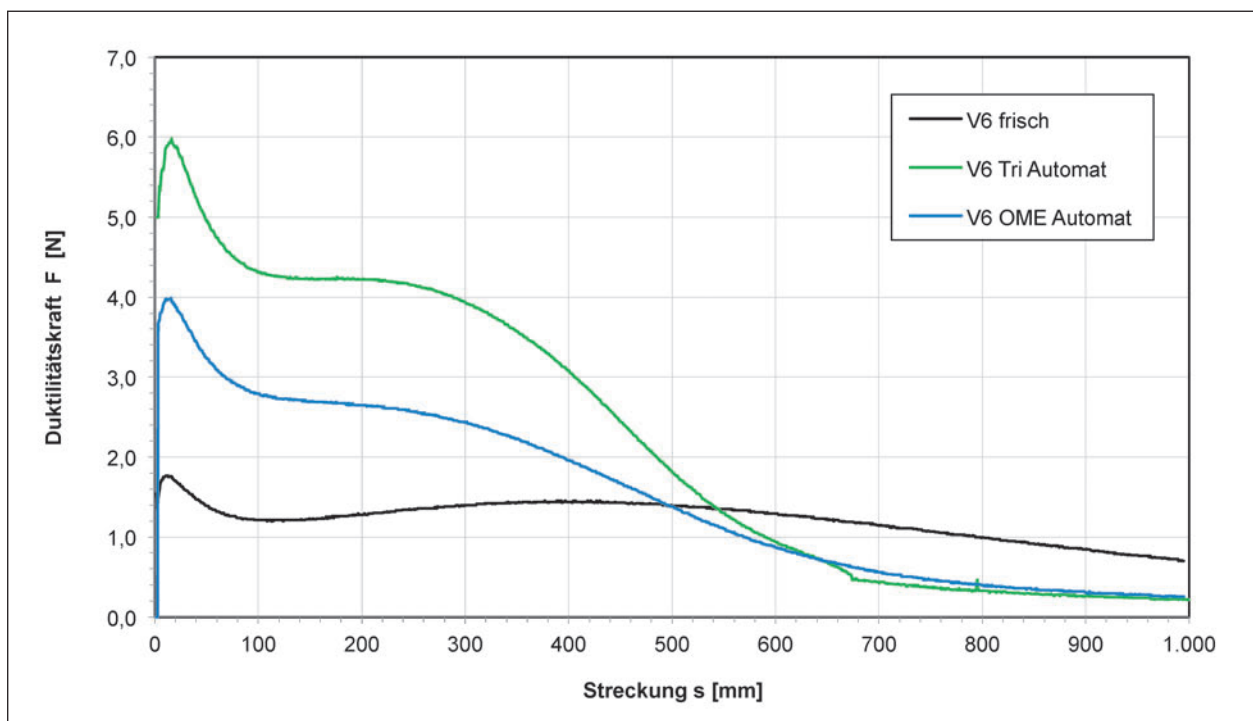


Bild 107: Kraft-Duktilitäts-Kurve bei 25 °C von polymermodifizierten Bitumen 25/55-55 A im frischen Zustand und nach Extraktion aus SMA 11 S mittels Tri und OME (Mittelwerte)

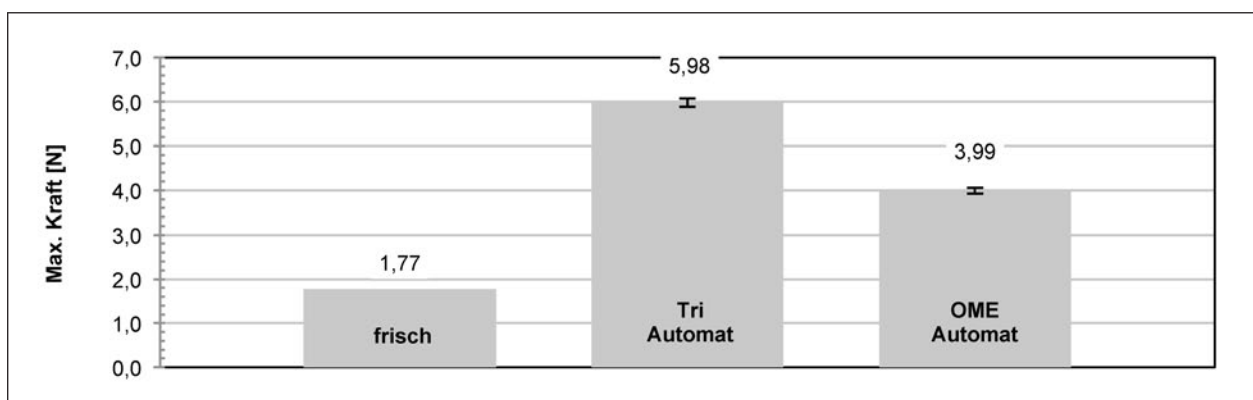


Bild 108: Maximale Kraft in der Kraft-Duktilitäts-Prüfung bei 25 °C von polymermodifizierten Bitumen 25/55-55 A im frischen Zustand und nach Extraktion aus SMA 11 S mittels Tri und OME (Mittelwerte)

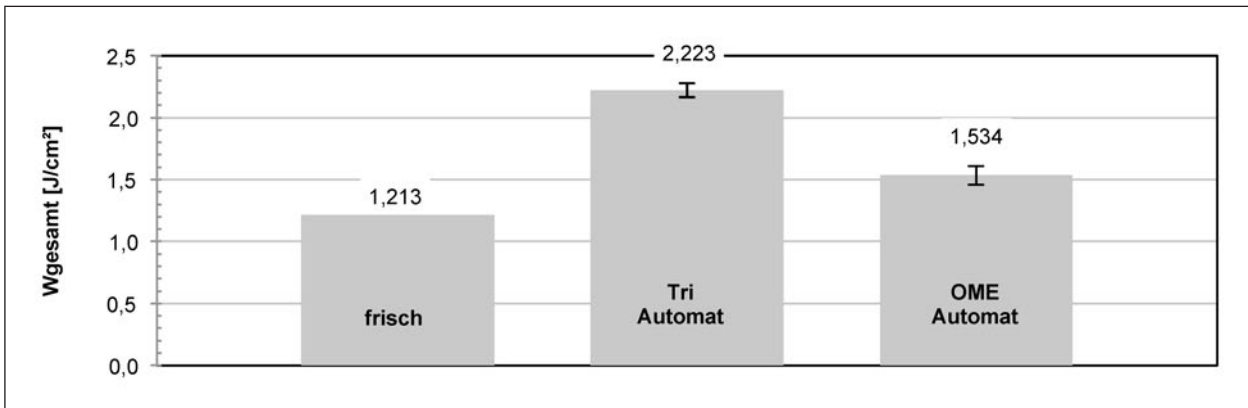


Bild 109: Gesamte Verformungsarbeit in der Kraft-Duktilitäts-Prüfung bei 25 °C von polymermodifizierten Bitumen 25/55-55 A im frischen Zustand und nach Extraktion aus SMA 11 S mittels Tri und OME (Mittelwerte)

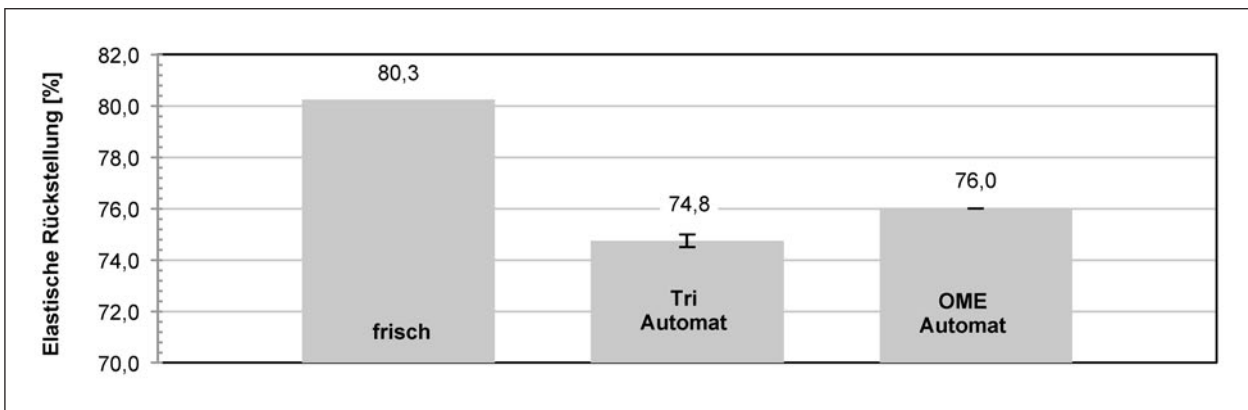


Bild 110: Elastische Rückstellung bei 25 °C des polymermodifizierten Bitumen 25/55-55 A im frischen Zustand und nach Extraktion aus SMA 11 S mittels Tri und OME (Mittelwerte)

20/30 NV aus MA 11 S (V10)

Erhobene Kenndaten aus durchgeführten Bitumenprüfungen sind in Tabelle 31 und in den Diagrammen (Bilder 111 bis 120) dargestellt. Diese Asphaltmischgutvariante findet auch in der zweiten Vergleichsuntersuchung Anwendung (siehe Kapitel 4.4.2).

V4_50/70 aus AC 11 D S		frisch	Tri Automat	OME Heiß	OME Automat	
Kraftduktilität @ 25 °C	Duktilität [mm]	1.000	1.000	1.000	1.000	
	Max. Kraft [N]	1,50	4,46	2,14	1,67	
	Verformungsarbeit	W_{gesamt} [J/cm ²]	0,107	0,405	0,177	0,1300
		$W_{0-0,2m}$ [J/cm ²]	0,096	0,331	0,143	0,1054
$W_{0,2-0,4m}$ [J/cm ²]		0,008	0,041	0,017	0,0117	
Erweichungspunkt RuK [°C]		52,7	56,5	52,0	50,4	
Nadelpenetration [mm/10]		50,0	36,3	50,7	54,0	
DSR 60 °C, 1,59 Hz	Phasenwinkel [°]	82,6	78,1	81,1	83,5	
	komplexer Schermodul [Pa]	4.902	8.620	4.624	3.414	
BBR -16 °C	Kriechsteifigkeit S [MPa]	154,2	185,8	87,5	145,3	
	m-Wert [-]	0,4263	0,3857	0,5203	0,4303	

Tab. 31: Übersicht über erhobene Bitumenkenndaten am Straßenbaubitumen 20/30 NV

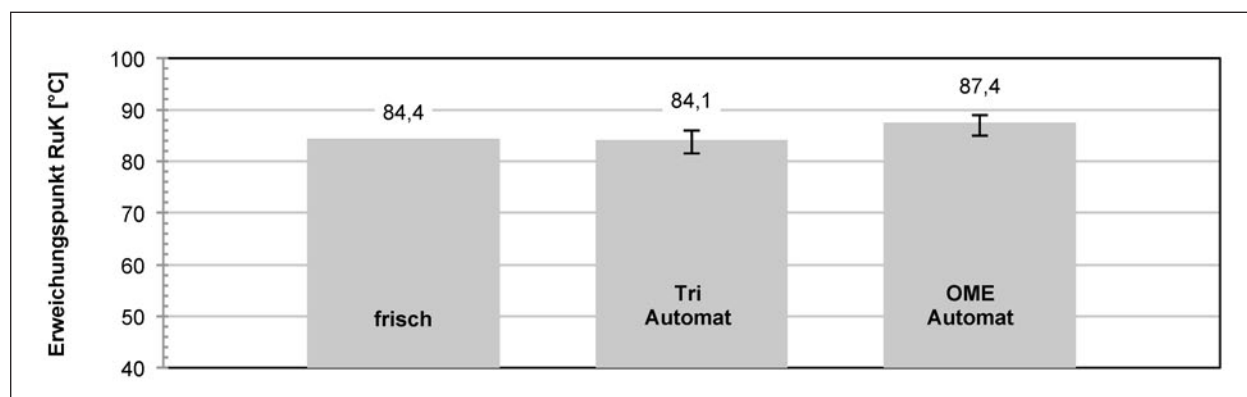


Bild 111: Erweichungspunkt Ring und Kugel von Straßenbaubitumen 20/30 NV im frischen Zustand und nach Extraktion aus MA 11 S mittels Tri und OME (Mittelwerte und Spannweite)

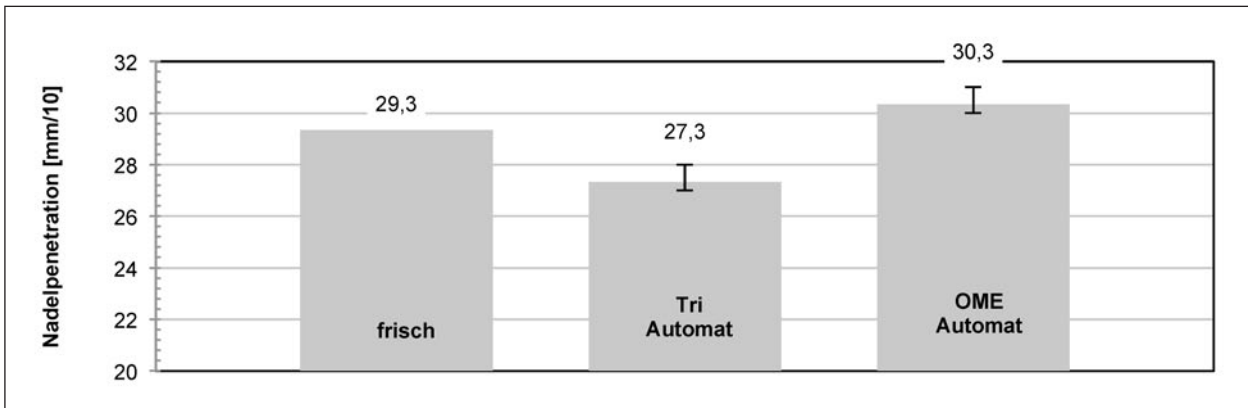


Bild 112: Nadelpenetration von Straßenbaubitumen 20/30 NV im frischen Zustand und nach Extraktion aus MA 11 S mittels Tri und OME (Mittelwerte und Spannweite)

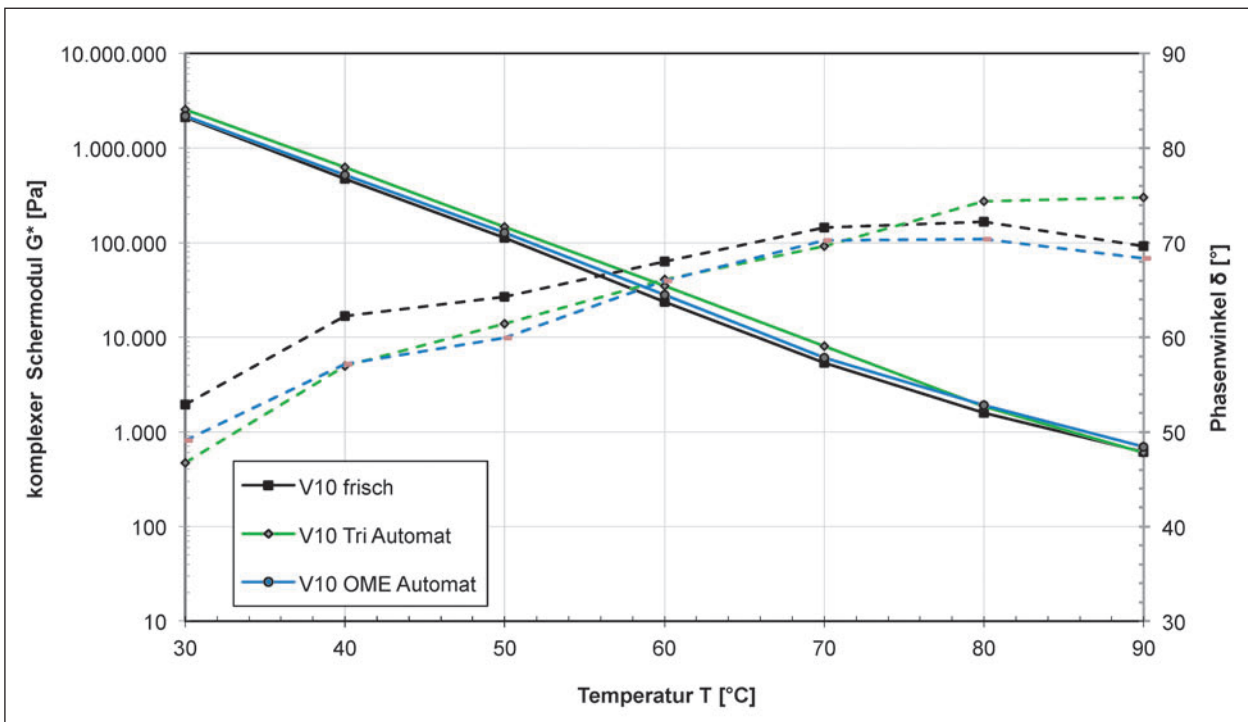


Bild 113: Temperaturabhängigkeit des komplexen Schermoduls und Phasenwinkels bei 1,59 Hz von Straßenbaubitumen 20/30 NV im frischen Zustand und nach Extraktion aus MA 11 S mittels Tri und OME (Mittelwerte)

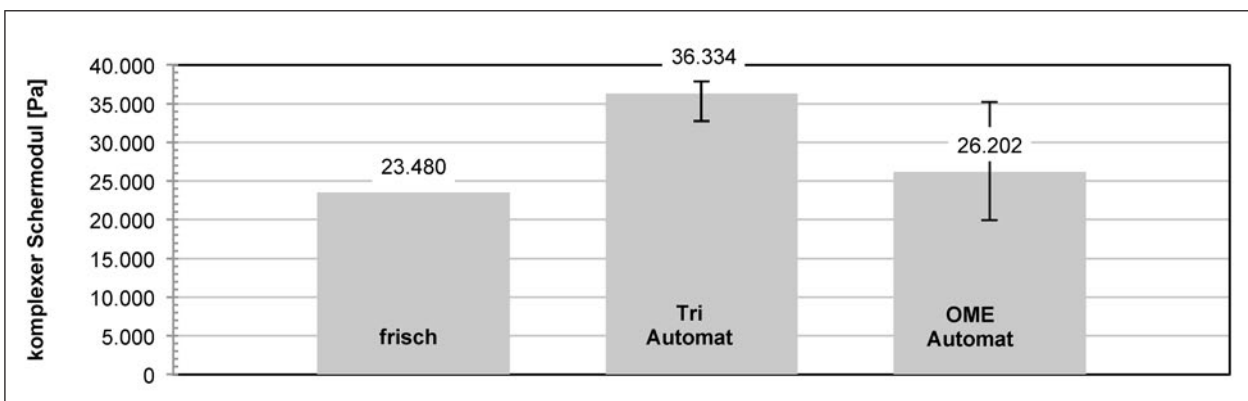


Bild 114: Komplexer Schermodul bei 60 °C und 1,59 Hz von Straßenbaubitumen 20/30 NV im frischen Zustand und nach Extraktion aus MA 11 S mittels Tri und OME (Mittelwerte)

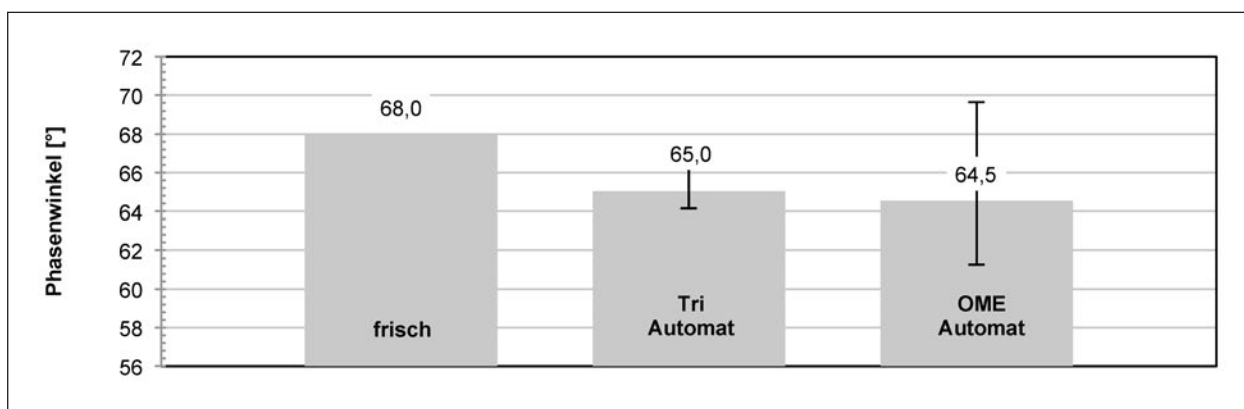


Bild 115: Phasenwinkel bei 60 °C und 1,59 Hz von Straßenbaubitumen 20/30 NV im frischen Zustand und nach Extraktion aus MA 11 S mittels Tri und OME (Mittelwerte)

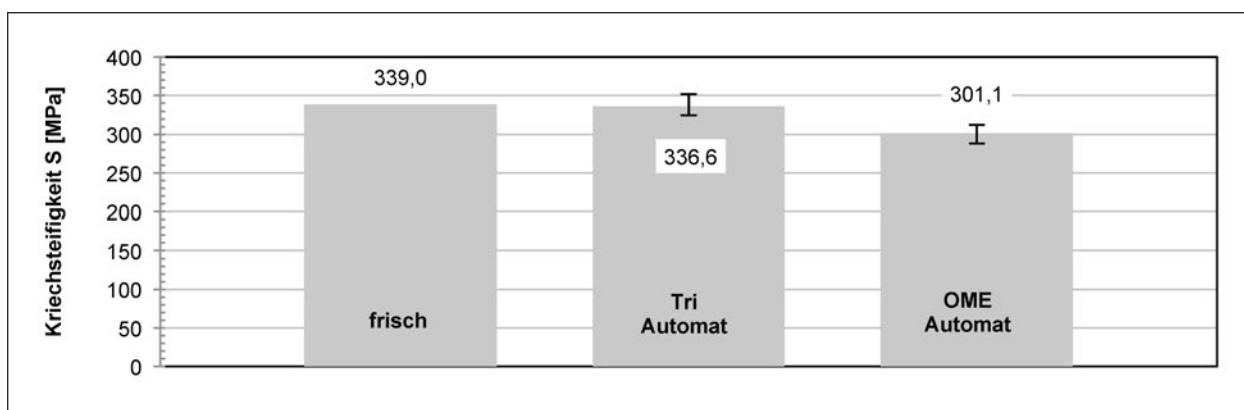


Bild 116: Biegekriechsteifigkeit bei -16 °C von Straßenbaubitumen 20/30 NV im frischen Zustand und nach Extraktion aus MA 11 S mittels Tri und OME (Mittelwerte)

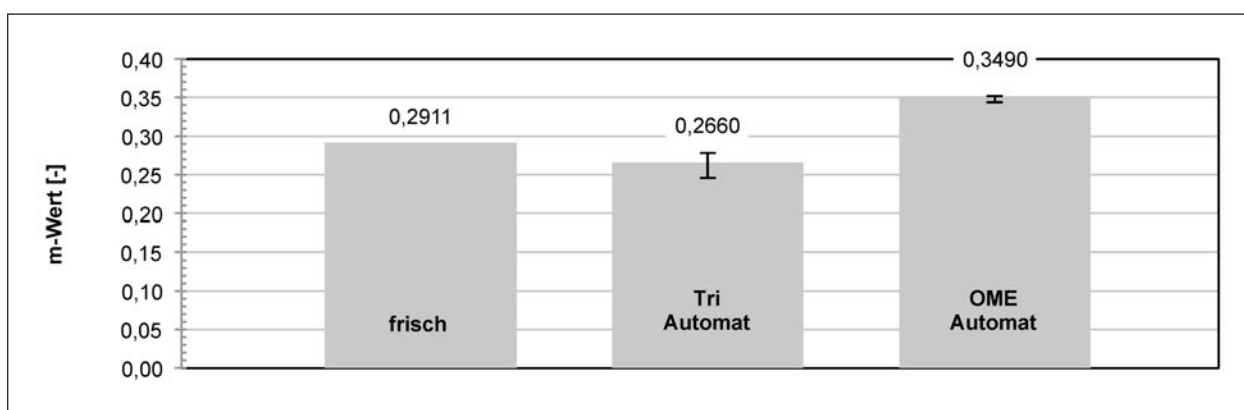


Bild 117: m-Wert bei -16 °C von Straßenbaubitumen 20/30 NV im frischen Zustand und nach Extraktion aus MA 11 S mittels Tri und OME (Mittelwerte)

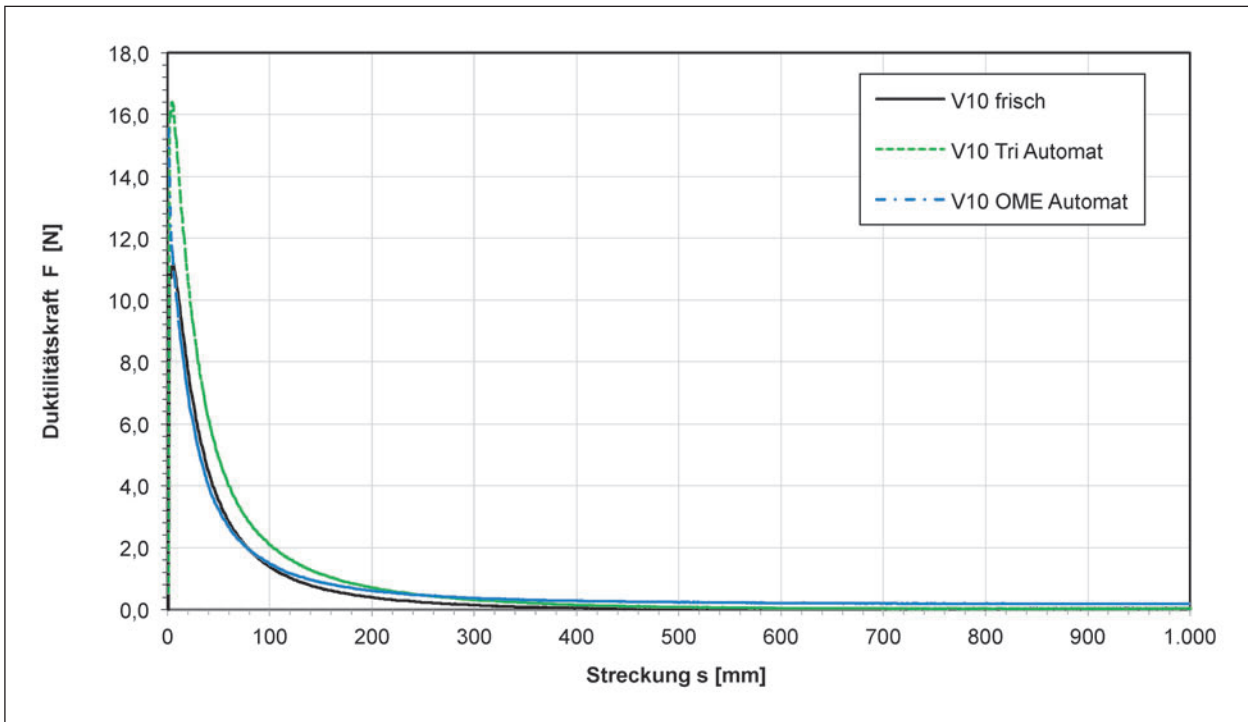


Bild 118: Kraft-Duktilitäts-Kurve bei 25 °C von Straßenbaubitumen 20/30 NV im frischen Zustand und nach Extraktion aus MA 11 S mittels Tri und OME (Mittelwerte)

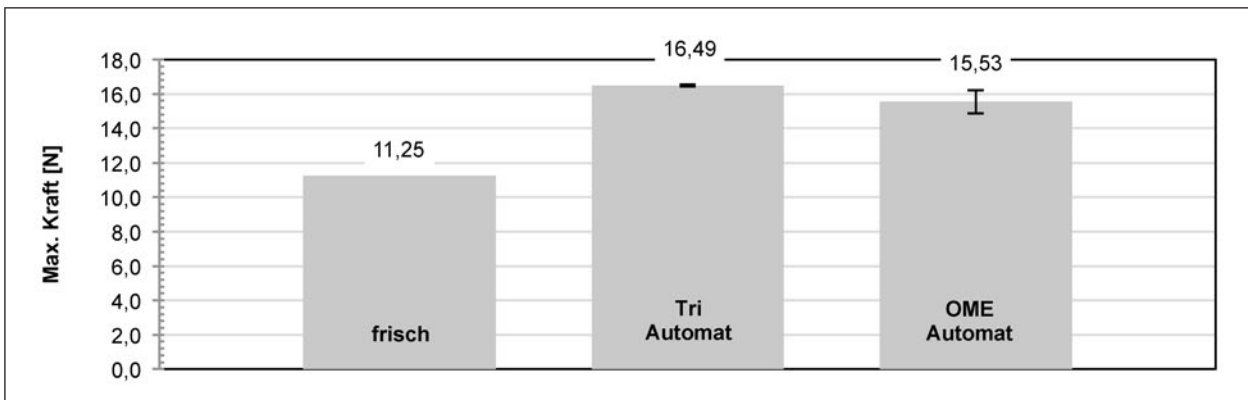


Bild 119: Maximale Kraft in der Kraft-Duktilitäts-Prüfung bei 25 °C von Straßenbaubitumen 20/30 NV im frischen Zustand und nach Extraktion aus MA 11 S mittels Tri und OME (Mittelwerte)

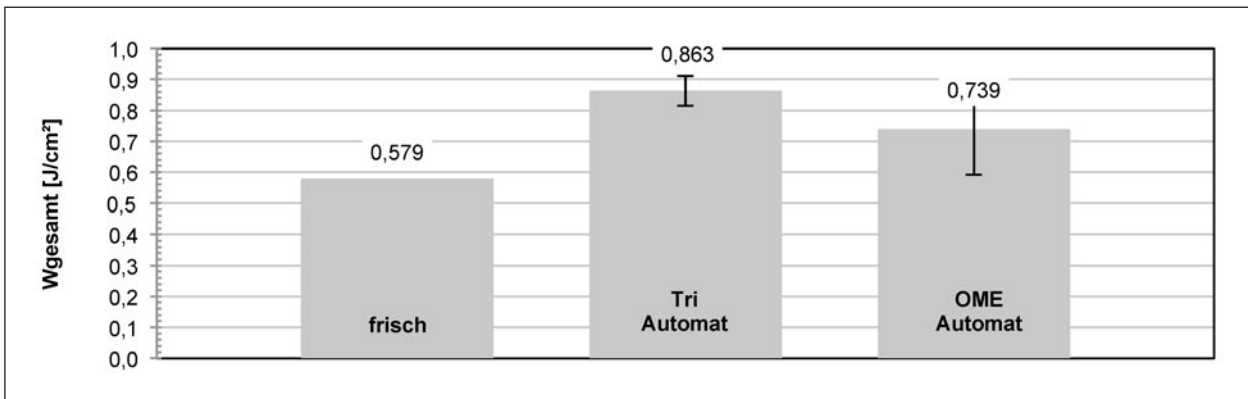


Bild 120: Gesamte Verformungsarbeit in der Kraft-Duktilitäts-Prüfung bei 25 °C von Straßenbaubitumen 20/30 NV im frischen Zustand und nach Extraktion aus MA 11 S mittels Tri und OME (Mittelwerte)

50/70 aus AC 22 T S (V8)

Erhobene Kenndaten aus durchgeführten Bitumenprüfungen sind in Tabelle 32 und in den Diagrammen (Bilder 121 bis 130) dargestellt. Diese Asphaltmischgutvariante findet auch in der ersten Vergleichsuntersuchung Anwendung (siehe Kapitel 4.4.1).

V8_50/70 aus AC 22 T S			frisch	Tri Automat	OME Automat
Kraftduktilität @ 25 °C	Duktilität [mm]		1.000	1.000	1.000
	Max. Kraft [N]		2,25	7,85	2,88
	Verformungsarbeit	W_{gesamt} [J/cm ²]	0,205	0,685	0,261
		$W_{0-0,2m}$ [J/cm ²]	0,107	0,500	0,198
$W_{0,2-0,4m}$ [J/cm ²]		0,028	0,079	0,028	
Erweichungspunkt RuK [°C]			50,3	57,4	53,0
Nadelpenetration [mm/10]			51,7	30,3	41,7
DSR 60 °C, 1,59 Hz	Phasenwinkel [°]		85,3	79,8	82,8
	komplexer Schermodul [Pa]		3.164	9.937	5.274
BBR -16 °C	Kriechsteifigkeit S [MPa]		165,4	222,2	139,7
	m-Wert [-]		0,4777	0,3620	0,4773

Tab. 32: Übersicht über erhobene Bitumenkenndaten am Straßenbaubitumen 50/70

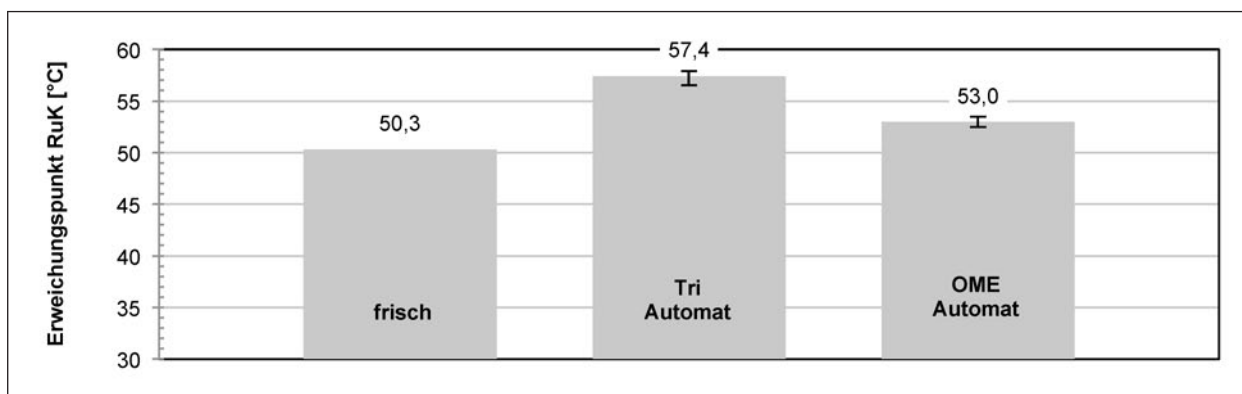


Bild 121: Erweichungspunkt Ring und Kugel von Straßenbaubitumen 50/70 im frischen Zustand und nach Extraktion aus AC 22 T S mittels Tri und OME (Mittelwerte und Spannweite)

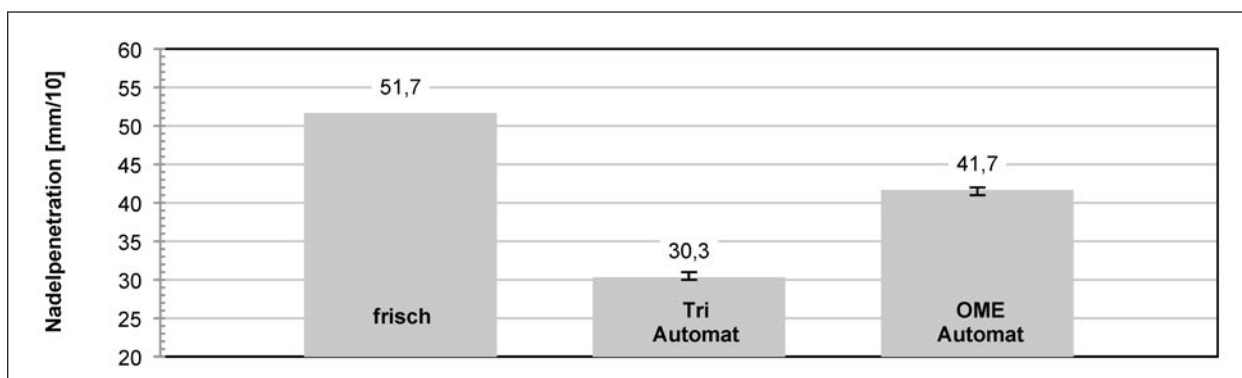


Bild 122: Nadelpenetration von Straßenbaubitumen 50/70 im frischen Zustand und nach Extraktion aus AC 22 T S mittels Tri und OME (Mittelwerte und Spannweite)

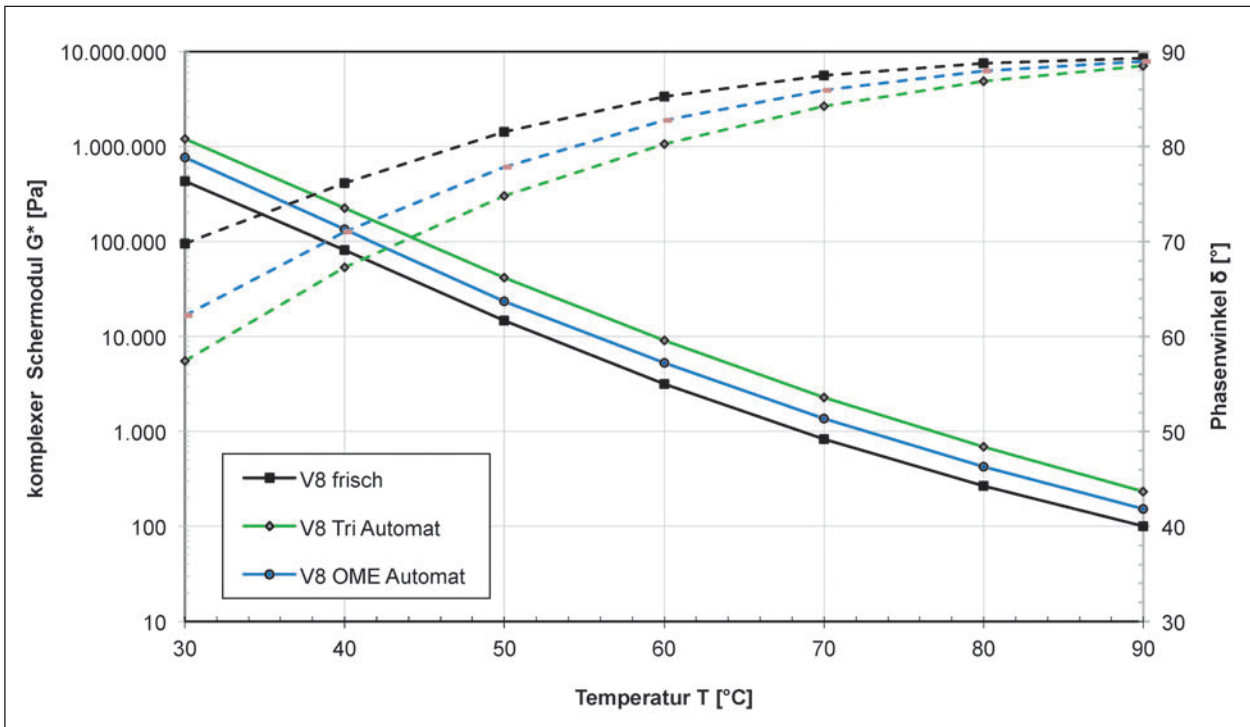


Bild 123: Temperaturabhängigkeit des komplexen Schermoduls und Phasenwinkels bei 1,59 Hz von Straßenbaubitumen 50/70 im frischen Zustand und nach Extraktion aus AC 22 T S mittels Tri und OME (Mittelwerte)

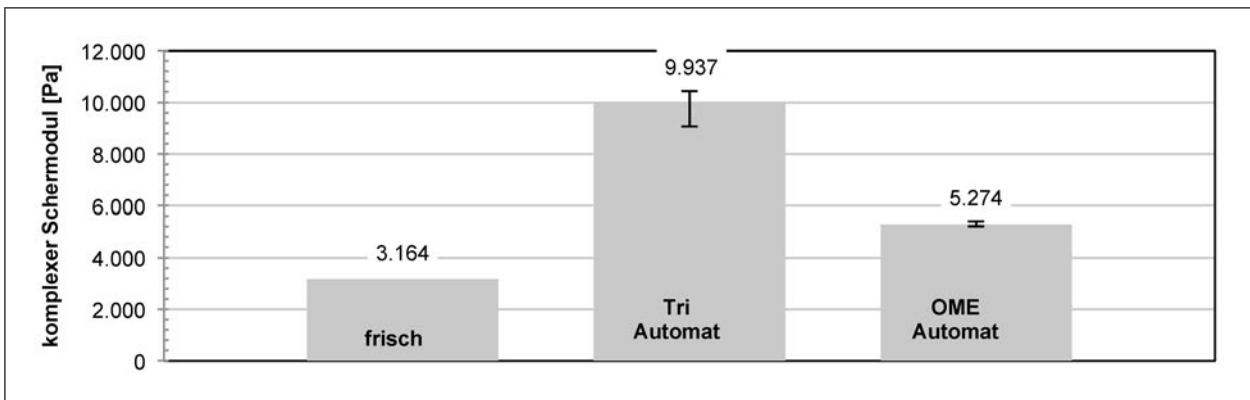


Bild 124: Komplexer Schermodul bei 60 °C und 1,59 Hz von Straßenbaubitumen 50/70 im frischen Zustand und nach Extraktion aus AC 22 T S mittels Tri und OME (Mittelwerte)

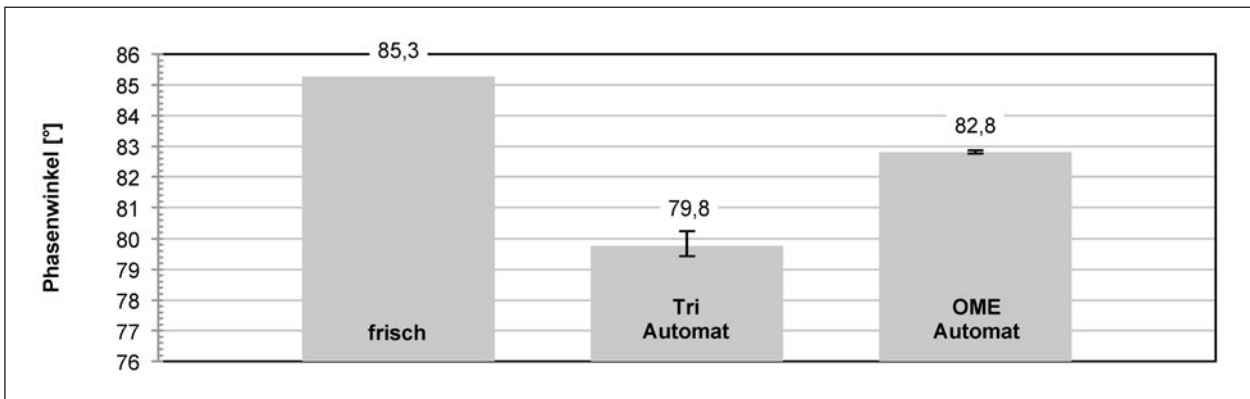


Bild 125: Phasenwinkel bei 60 °C und 1,59 Hz von Straßenbaubitumen 50/70 im frischen Zustand und nach Extraktion aus AC 22 T S mittels Tri und OME (Mittelwerte)

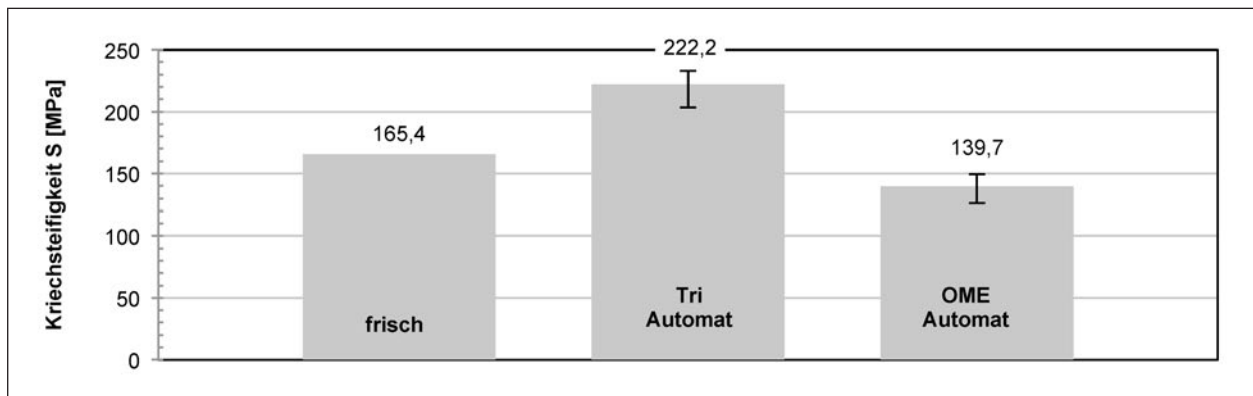


Bild 126: Biegekriechsteifigkeit bei -16 °C von Straßenbaubitumen 50/70 im frischen Zustand und nach Extraktion aus AC 22 T S mittels Tri und OME (Mittelwerte)

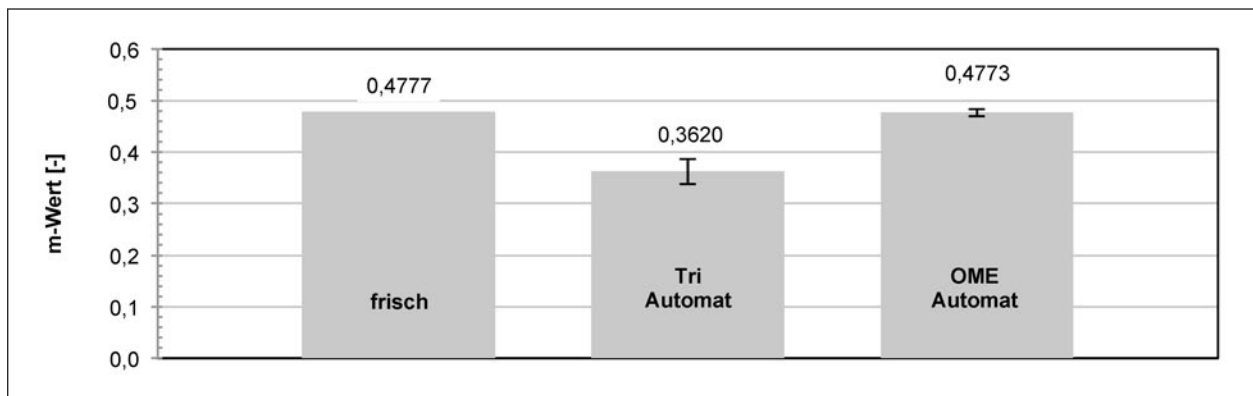


Bild 127: m-Wert bei -16 °C von Straßenbaubitumen 50/70 im frischen Zustand und nach Extraktion aus AC 22 T S mittels Tri und OME (Mittelwerte)

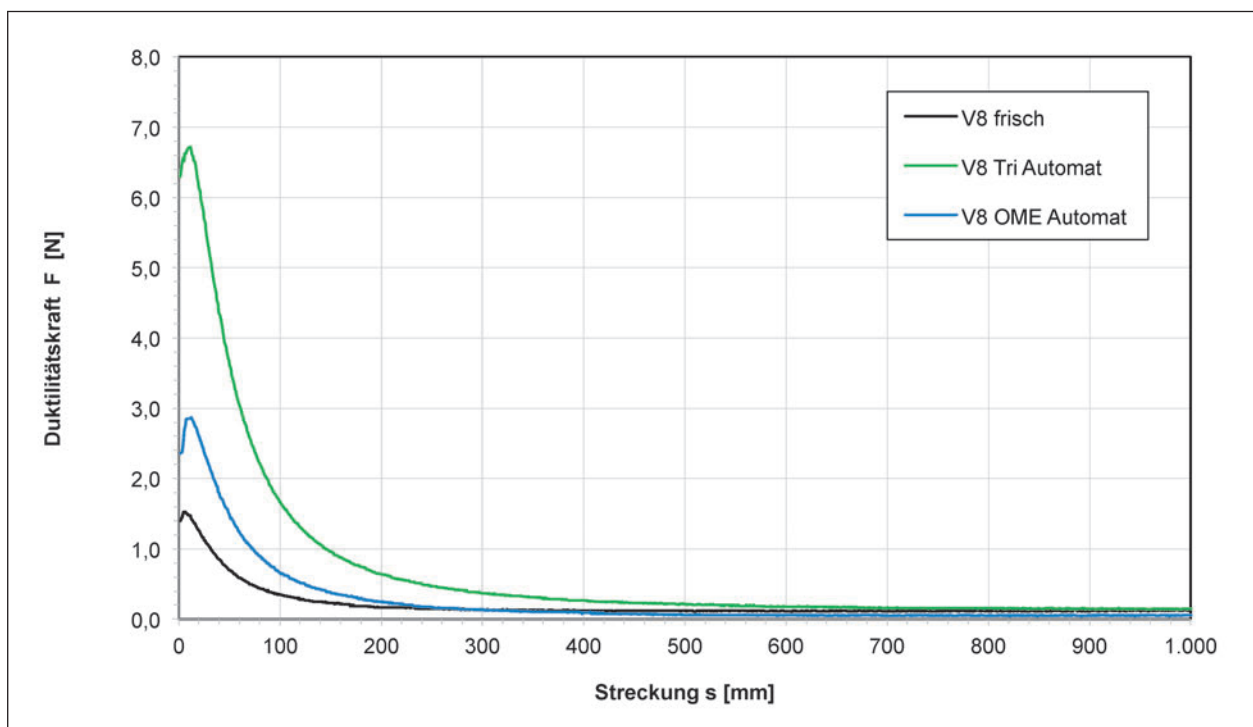


Bild 128: Kraft-Duktilitäts-Kurve bei 25 °C von Straßenbaubitumen 50/70 im frischen Zustand und nach Extraktion aus AC 22 T S mittels Tri und OME (Mittelwerte)

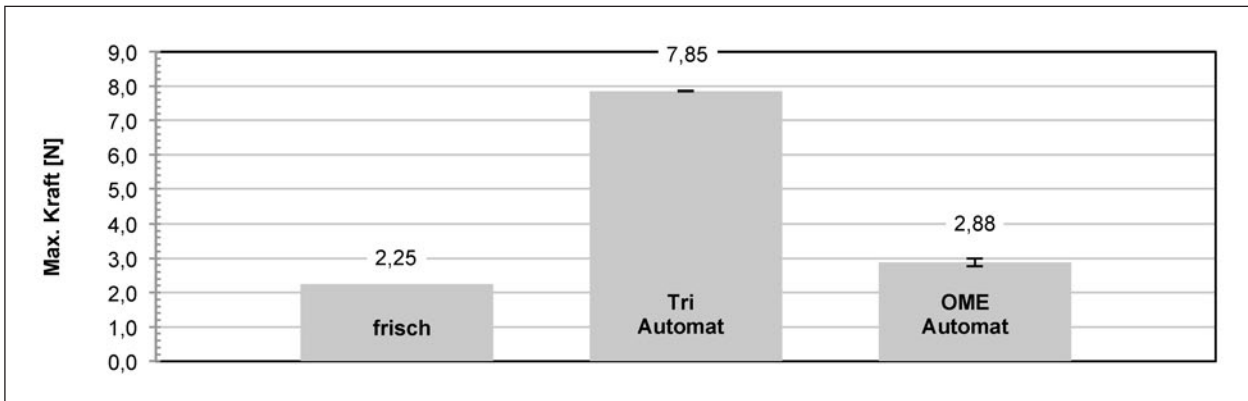


Bild 129: Maximale Kraft in der Kraft-Duktilitäts-Prüfung bei 25 °C von Straßenbaubitumen 50/70 im frischen Zustand und nach Extraktion aus AC 22 T S mittels Tri und OME (Mittelwerte)

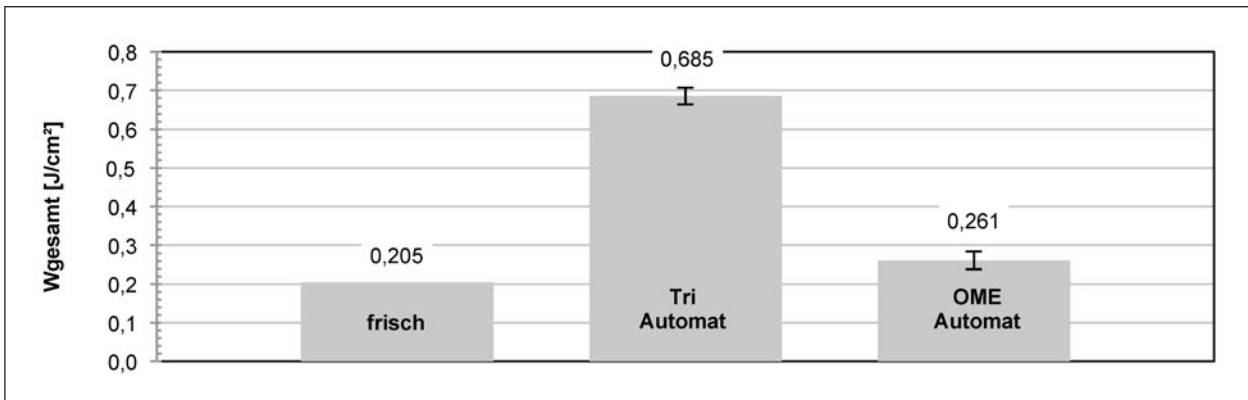


Bild 130: Gesamte Verformungsarbeit in der Kraft-Duktilitäts-Prüfung bei 25 °C von Straßenbaubitumen 50/70 im frischen Zustand und nach Extraktion aus AC 22 T S mittels Tri und OME (Mittelwerte)

70/100 aus AC 32 T S (V7)

Erhobene Kenndaten aus durchgeführten Bitumenprüfungen sind in Tabelle 33 gegenübergestellt und in den Diagrammen (Bilder 131 bis 140) dargestellt.

V7_70/100 aus AC 32 T S		frisch	Tri Automat	OME Automat	
Kraftduktilität @ 25 °C	Duktilität [mm]	1.000	1.000	1.000	
	Max. Kraft [N]	1,34	8,25	8,39	
	Verformungsarbeit	W_{gesamt} [J/cm ²]	0,050	0,707	0,8768
		$W_{0-0,2m}$ [J/cm ²]	0,034	0,596	0,6322
$W_{0,2-0,4m}$ [J/cm ²]		0,004	0,071	0,1029	
Erweichungspunkt RuK [°C]		45,8	59,4	59,4	
Nadelpenetration [mm/10]		78,0	27,7	29,3	
DSR 60 °C, 1,59 Hz	Phasenwinkel [°]	88,4	78,2	77,5	
	komplexer Schermodul [Pa]	1.563	12.788	13.670	
BBR -16 °C	Kriechsteifigkeit S [MPa]	218,1	262,0	228,0	
	m-Wert [-]	0,4457	0,3030	0,3727	

Tab. 33: Übersicht über erhobene Bitumenkenndaten am Straßenbaubitumen 70/100

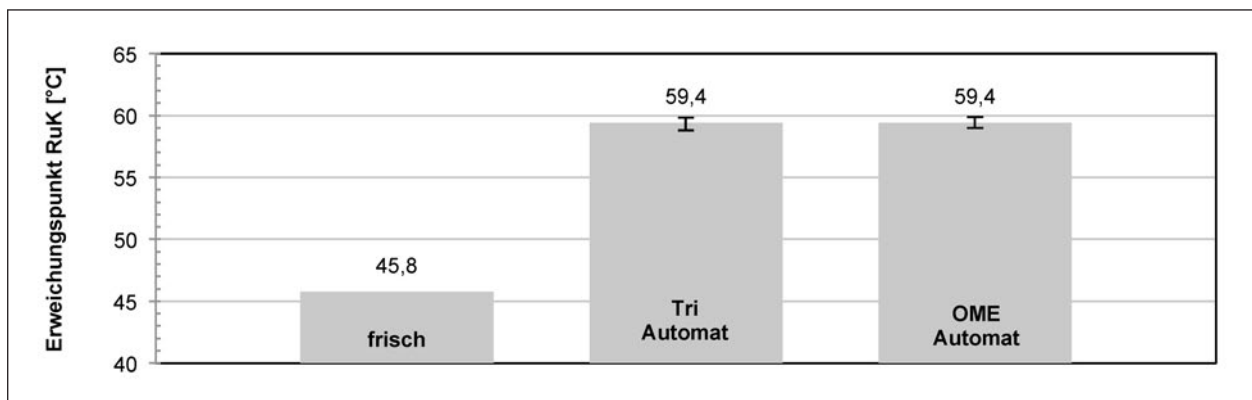


Bild 131: Erweichungspunkt Ring und Kugel von Straßenbaubitumen 70/100 im frischen Zustand und nach Extraktion aus AC 32 T S mittels Tri und OME (Mittelwerte und Spannweite)

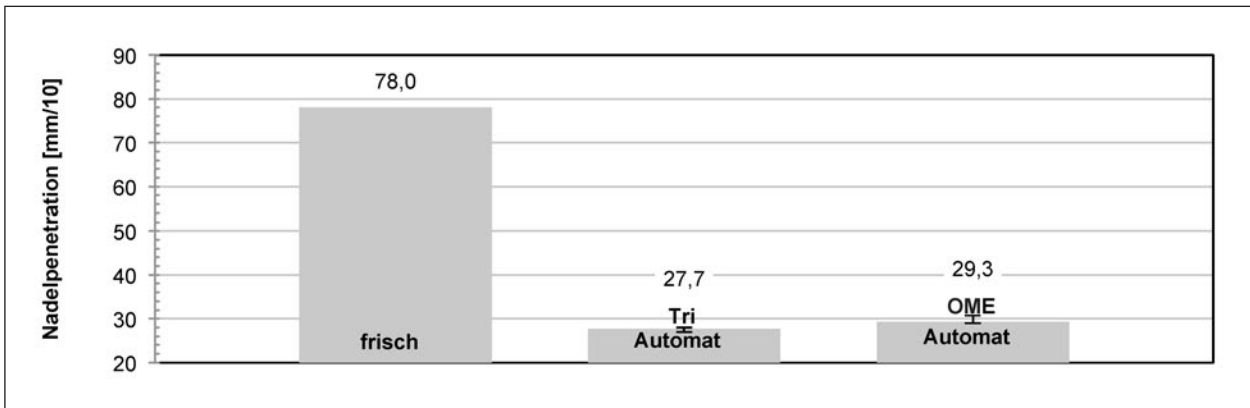


Bild 132: Nadelpenetration von Straßenbaubitumen 70/100 im frischen Zustand und nach Extraktion aus AC 32 T S mittels Tri und OME (Mittelwerte und Spannweite)

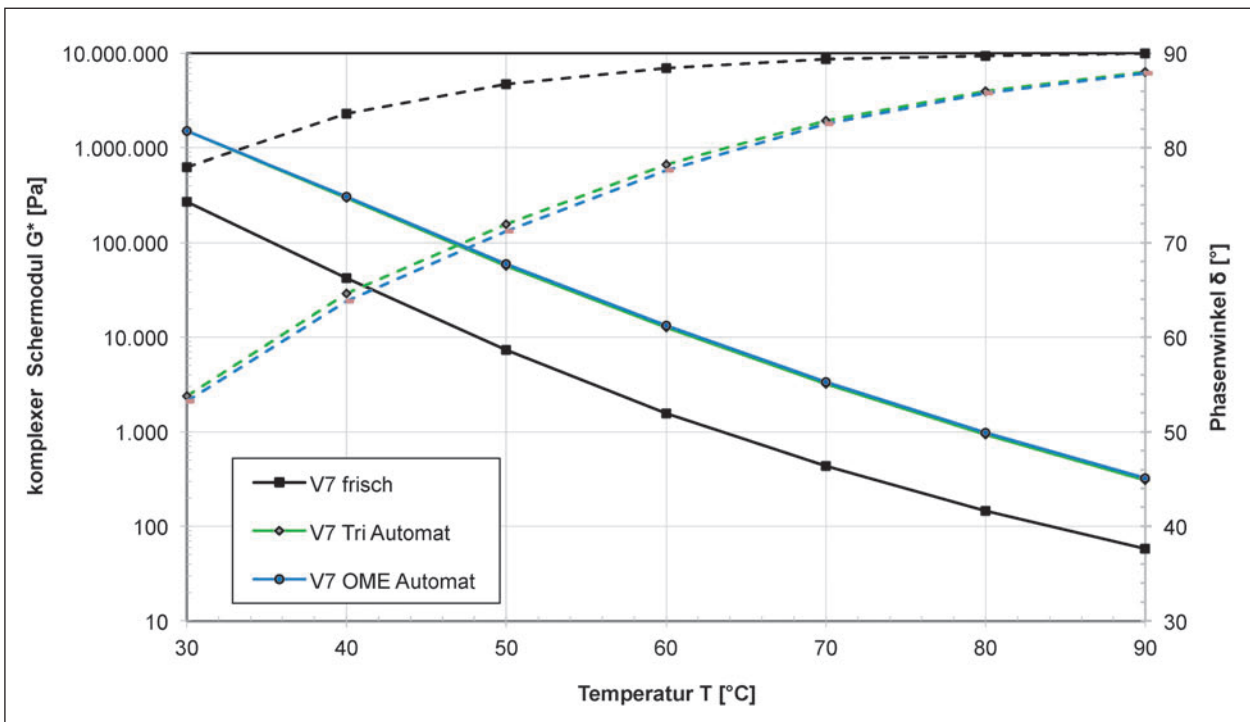


Bild 133: Temperaturabhängigkeit des komplexen Schermoduls und Phasenwinkels bei 1,59 Hz von Straßenbaubitumen 70/100 im frischen Zustand und nach Extraktion aus AC 32 T S mittels Tri und OME (Mittelwerte)

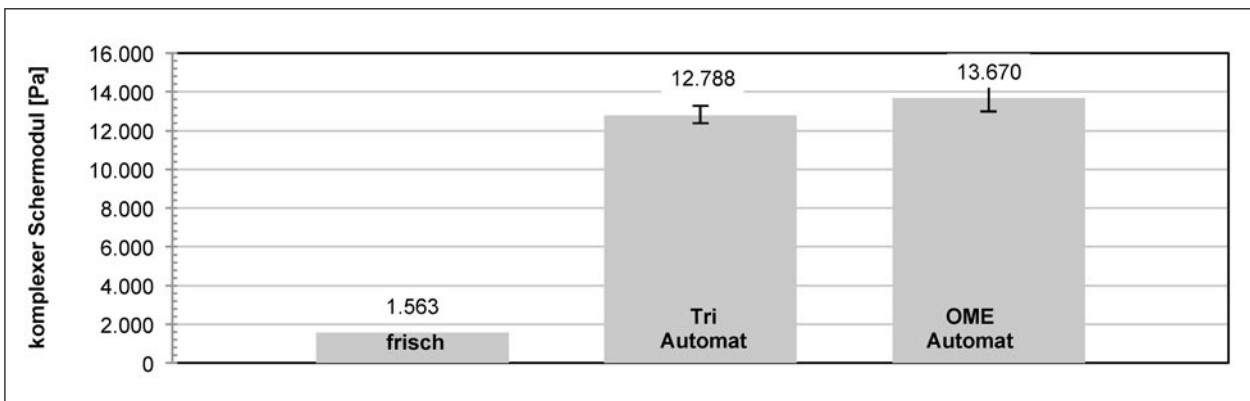


Bild 134: Komplexer Schermodul bei 60 °C und 1,59 Hz von Straßenbaubitumen 70/100 im frischen Zustand und nach Extraktion aus AC 32 T S mittels Tri und OME (Mittelwerte)

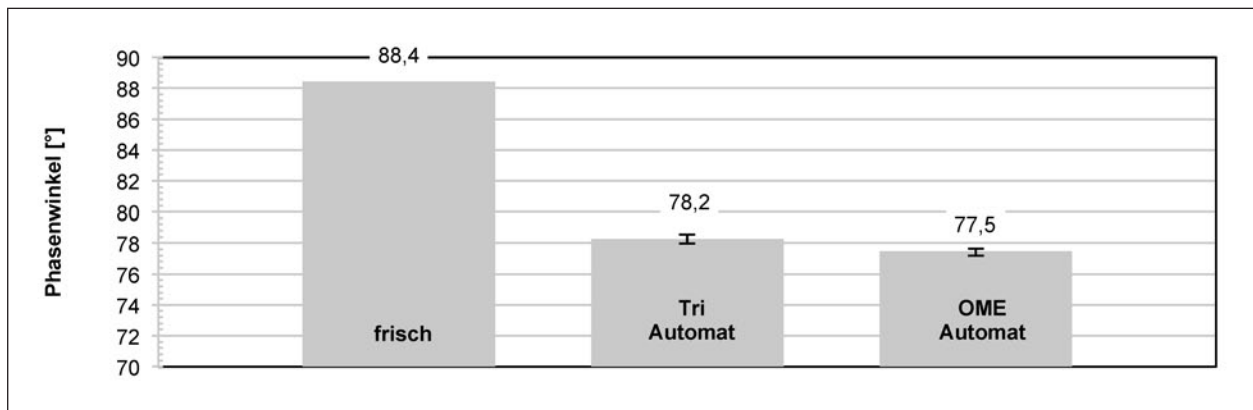


Bild 135: Phasenwinkel bei 60 °C und 1,59 Hz von Straßenbaubitumen 70/100 im frischen Zustand und nach Extraktion aus AC 32 T S mittels Tri und OME (Mittelwerte)

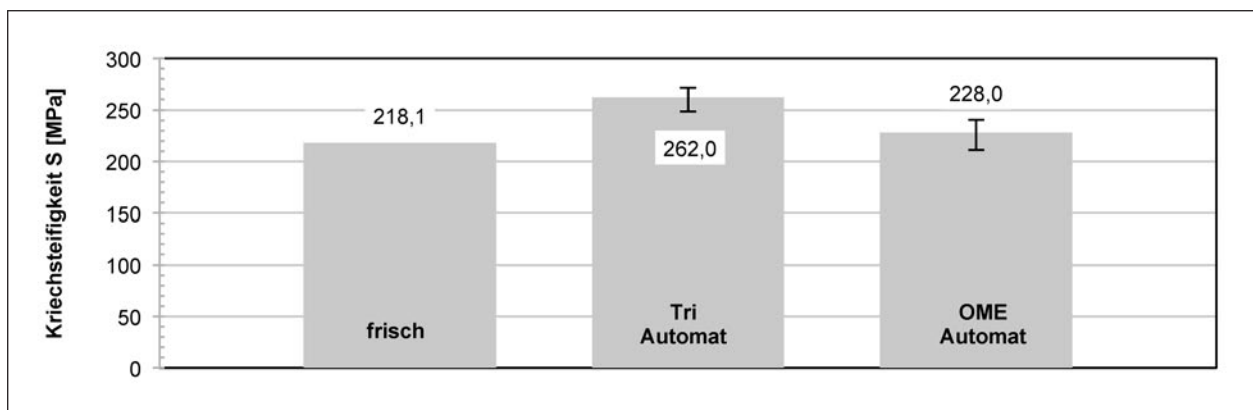


Bild 136: Biegekriechsteifigkeit bei -16 °C von Straßenbaubitumen 70/100 im frischen Zustand und nach Extraktion aus AC 32 T S mittels Tri und OME (Mittelwerte)

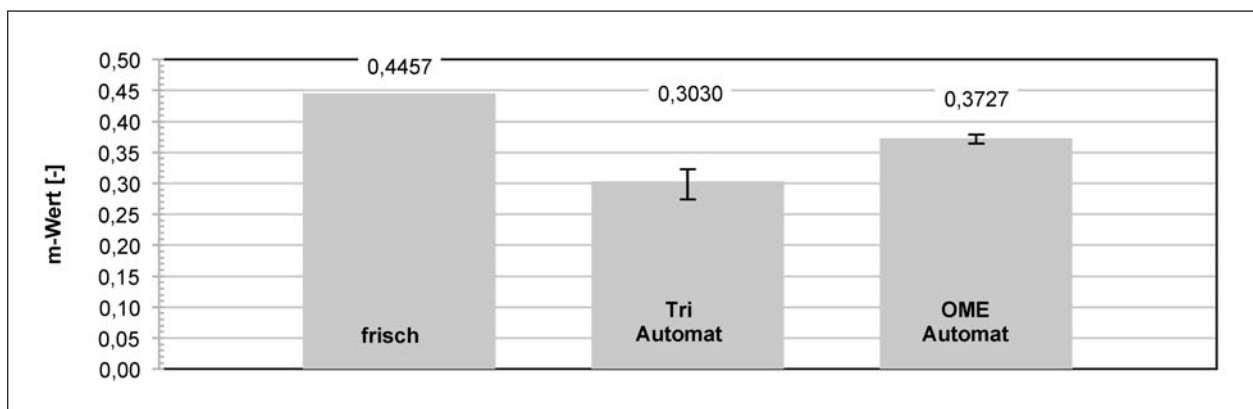


Bild 137: m-Wert bei -16 °C von Straßenbaubitumen 70/100 im frischen Zustand und nach Extraktion aus AC 32 T S mittels Tri und OME (Mittelwerte)

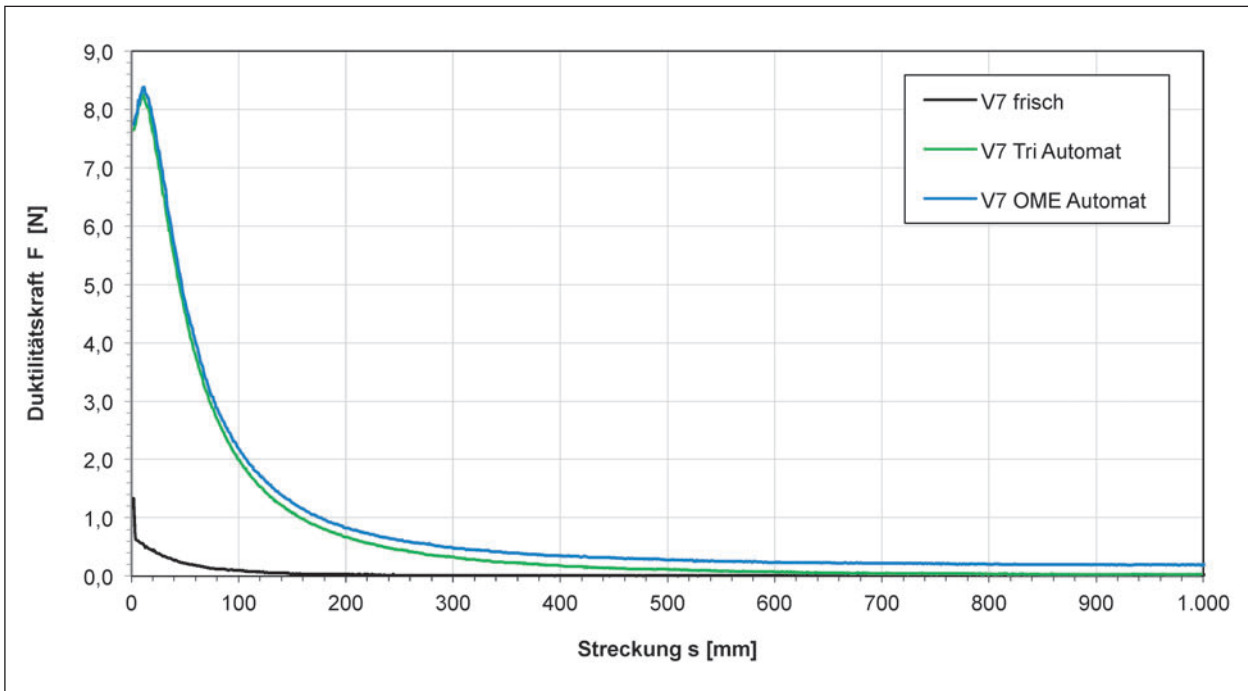


Bild 138: Kraft-Duktilitäts-Kurve bei 25 °C von Straßenbaubitumen 70/100 im frischen Zustand und nach Extraktion aus AC 32 T S mittels Tri und OME (Mittelwerte)

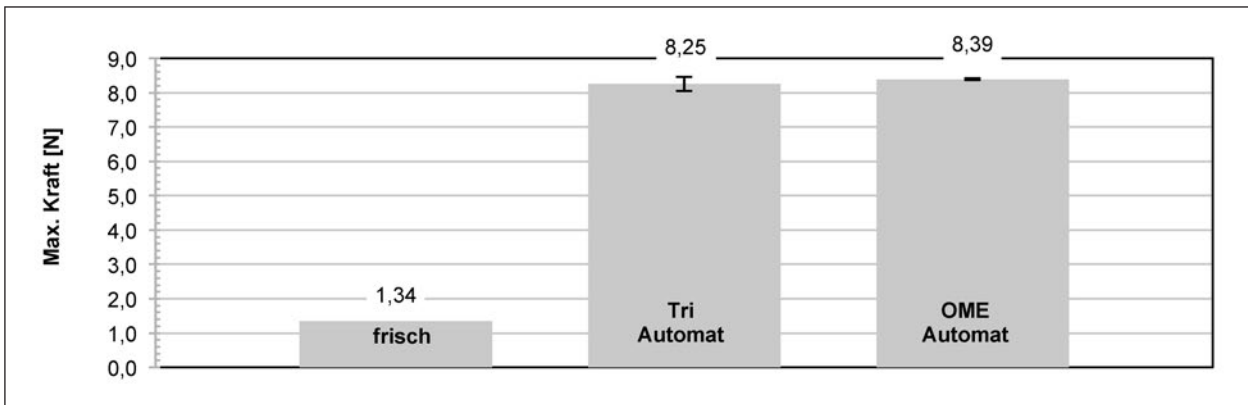


Bild 139: Maximale Kraft in der Kraft-Duktilitäts-Prüfung bei 25 °C von Straßenbaubitumen 70/100 im frischen Zustand und nach Extraktion aus AC 32 T S mittels Tri und OME (Mittelwerte)

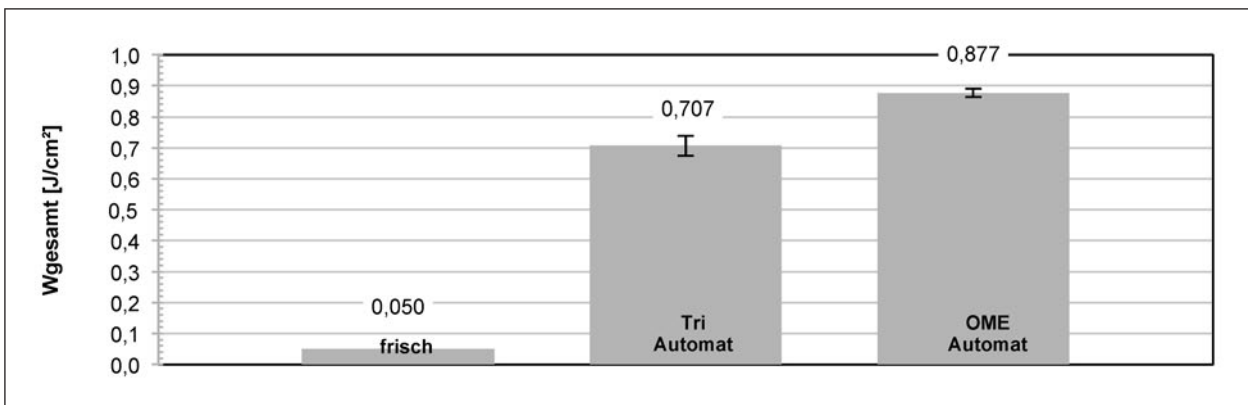


Bild 140: Gesamte Verformungsarbeit in der Kraft-Duktilitäts-Prüfung bei 25 °C von Straßenbaubitumen 70/100 im frischen Zustand und nach Extraktion aus AC 32 T S mittels Tri und OME (Mittelwerte)

4.4 Vergleichsuntersuchungen

Unter Beteiligung von 5 verschiedenen Prüfstellen wurden Vergleichsmessungen für verschiedene Asphaltmischgutvarianten durchgeführt, in der vom ISBS ermittelte Parameter für die automatische Extraktion mit OME als Lösemittel validiert wurden und erste Hinweise auf die Vergleichbarkeit der Ergebnisse liefern sollten.

Folgende Institutionen nahmen neben dem ISBS an den Vergleichsuntersuchungen teil:

- Basalt-Actien-Gesellschaft, Berlin,
- Bundesanstalt für Straßenwesen, Bergisch Gladbach,
- infraTest Prüftechnik GmbH, Brackenheim,
- MPV Materialprüfungs- und Vertriebsgesellschaft für Straßenbaustoffe mbH, Bottrop.

Für die Durchführung der Vergleichsuntersuchungen werden drei Asphaltmischgutvarianten ausgewählt, die aus zuvor durchgeführten Reihenuntersuchungen am ISBS bekannt sind:

- AC 22 T S mit Straßenbaubitumen 50/70 (V8),
- MA 11 S mit Straßenbaubitumen 20/30 V (V10) und
- SMA 8 S mit polymermodifiziertem Bitumen 25/55-55 A (V9).

Geeignete Extraktionssequenzen mit Programmparametern gemäß Kapitel 3.5.2 wurden an alle

beteiligten Prüfstellen weitergegeben, an das jeweilige Extraktionsgerät übertragen und im Rahmen der Vergleichsuntersuchungen angewendet. Sofern keine abweichenden Vorgaben gemacht wurden, galten die Regelungen der TP Asphalt-StB Teil 1, Teil 2 und Teil 3. Weiterhin galten die Vorgaben gemäß Tabelle 12. Je Asphaltmischgutvariante wurden 5 vorbereitete Teilproben, eine Blechdose und Protokollblätter versendet.

Die Blechdose mit der Sammelprobe des rückgewonnenen Bitumens sowie die ausgefüllten Protokolle aller Extraktionen wurden zur Auswertung und Bindemittelprüfung an das ISBS übermittelt.

Aufgrund des teilweisen Ausfalls der Extraktionsanlagen konnten nicht alle beteiligten Prüfstellen die Ergebnisse der Mischgutanalyse bzw. die rückgewonnenen Bitumenproben zur weiteren Prüfung im vorgegebenen Zeitraum an das ISBS übersenden. Die Ergebnisse liegen daher nicht vollständig vor. Vorhandene Ergebnisse der drei Varianten werden in Folge dargestellt.

Nachfolgend sind die Ergebnisse der Vergleichsuntersuchungen ohne weitere Kommentierung dargestellt, die Bewertung erfolgt in Kapitel 5.

4.4.1 AC 22 T S mit Straßenbaubitumen 50/70 (V8)

Die Tabellen 34 und 35 und Diagramme (Bilder 141 bis 152) zeigen die Ergebnisse der Vergleichsuntersuchungen für Asphaltmischgutvariante AC 22 T S mit Straßenbaubitumen 50/70 (V8).

V8_AC 22 T S mit 50/70		ISBS Tri	ISBS OME	Labor 2 OME	Labor 3 OME	Labor 4 OME	Labor 4 OME	Labor 5 OME
Siebdurchgang [M.-%]	31,5 mm	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00
	22,4 mm	97,89	97,81	97,57	97,65	98,89	97,91	97,81
	16 mm	75,06	69,89	68,62	72,77	73,83	73,74	69,89
	11,2 mm	58,02	52,12	51,25	54,28	54,43	55,12	52,12
	8 mm	40,60	36,88	34,80	37,53	38,06	38,68	36,88
	5,6 mm	27,99	25,85	24,72	26,49	26,56	26,53	25,85
	2 mm	21,75	20,10	19,99	20,79	20,72	20,71	20,10
	1 mm	17,86	16,56	16,57	17,15	17,14	16,94	16,56
	0,25 mm	12,97	12,10	11,99	12,50	12,48	12,08	12,10
	0,125 mm	10,63	9,96	9,73	10,26	10,11	9,89	9,96
0,063 mm	8,40	7,69	7,90	7,71	7,81	7,48	7,69	
B _{Diff.} [M.-%]		3,95	3,39	3,84	4,05	3,93	4,22	3,39
B _{Rückgew.} [M.-%]		3,96	3,71	3,70	3,77	3,85	3,81	3,71

Tab. 34: Kenndaten aus durchgeführten Mischgutanalysen der ersten Vergleichsuntersuchung

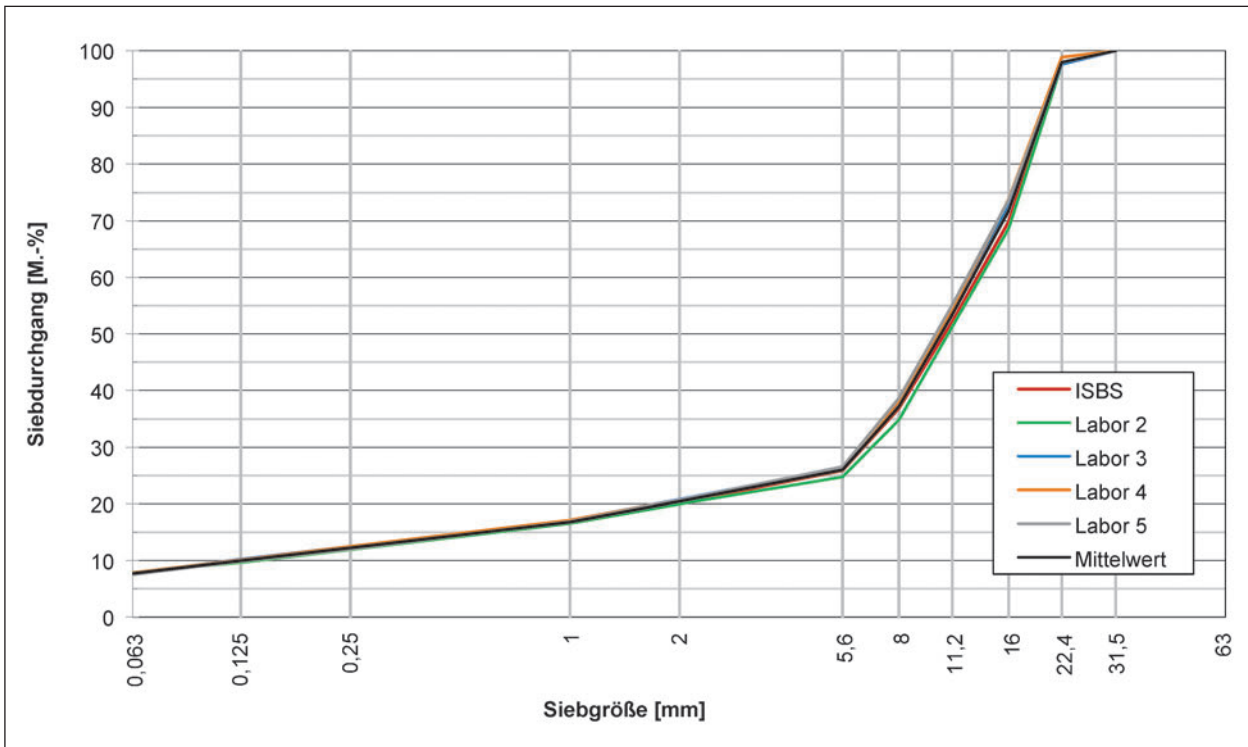


Bild 141: Vergleichsuntersuchung 1: Sieblinien für AC 22 T S mit Straßenbaubitumen 50/70, ermittelt nach Extraktion mittels OME

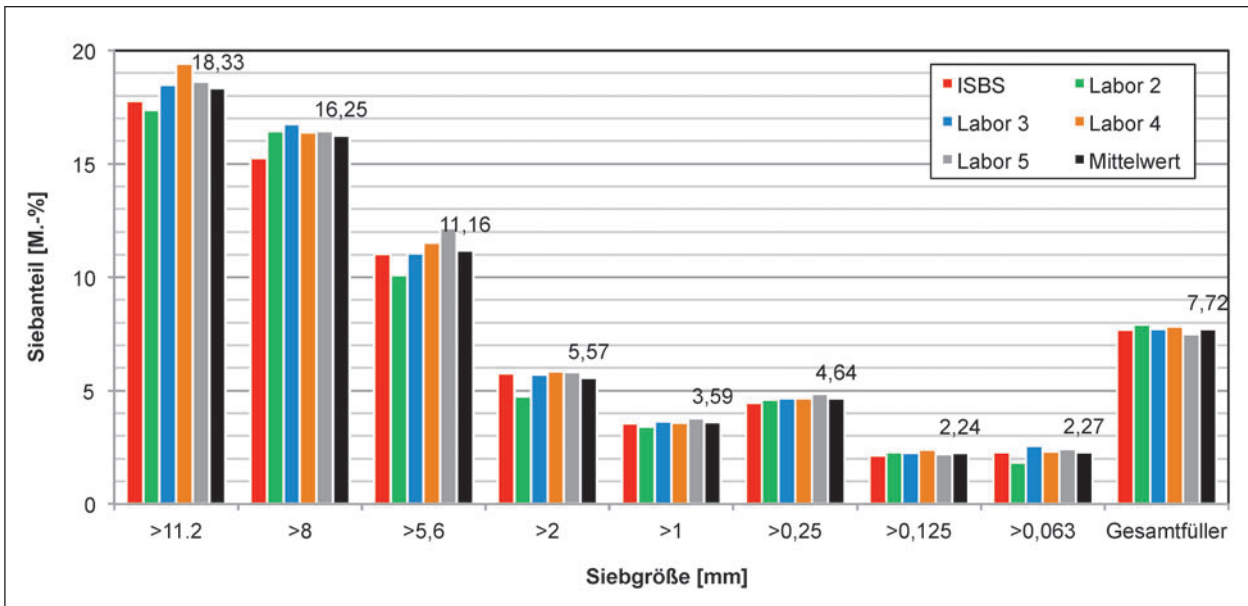


Bild 142: Vergleichsuntersuchung 1: Verteilung der Korngrößen für AC 22 T S mit Straßenbaubitumen 50/70, ermittelt nach Extraktion mittels OME

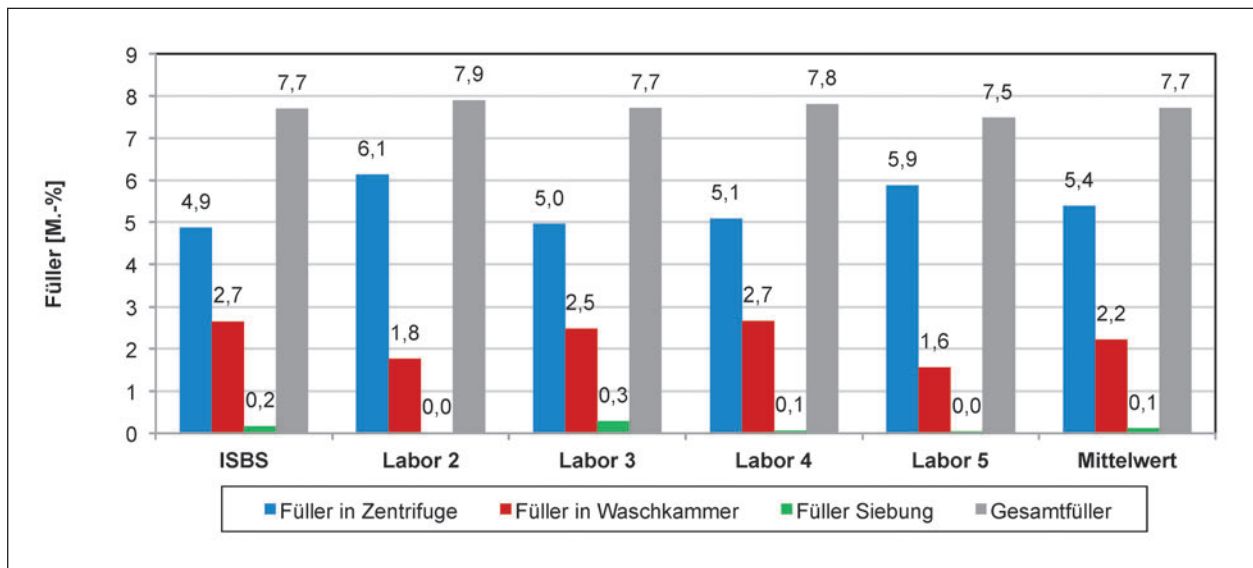


Bild 143: Vergleichsuntersuchung 1: Fülleranteile und resultierender Füllergehalt für AC 22 T S mit Straßenbaubitumen 50/70, ermittelt nach Extraktion mittels OME

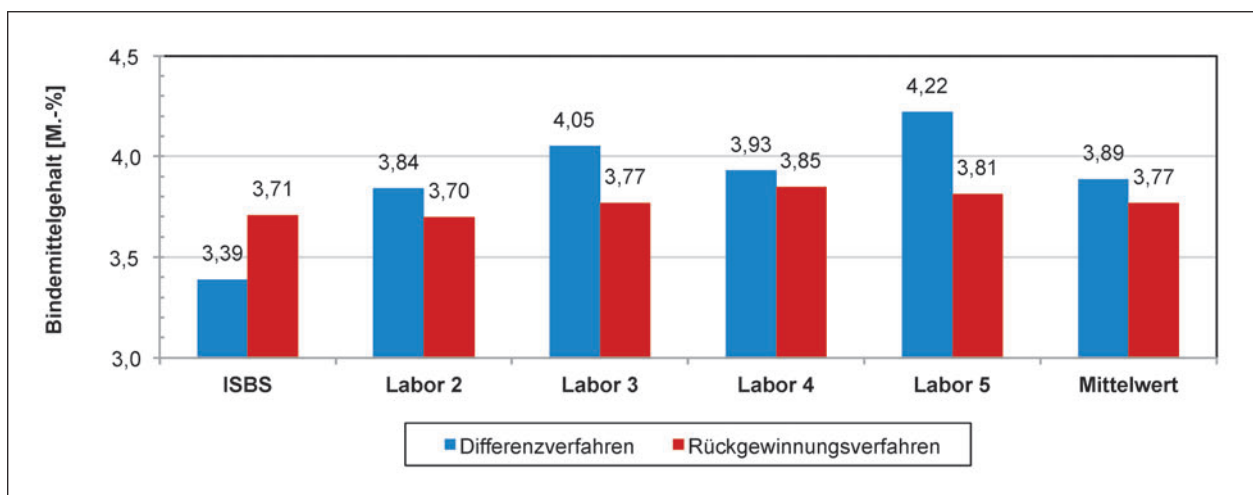


Bild 144: Vergleichsuntersuchung 1: Bindemittelgehalt nach Differenzverfahren und nach Rückgewinnungsverfahren für AC 22 T S mit Straßenbaubitumen 50/70, ermittelt nach Extraktion mittels OME

V8_50/70 aus AC 22 T S		ISBS Tri	ISBS OME	Labor 2 OME	Labor 3 OME	Labor 4 OME	Labor 5 OME	
Kraftduktilität @ 25 °C	Duktilität [mm]	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	
	Max. Kraft [N]	7,85	2,88	3,49	1,68	2,59	6,32	
	Verformungsarbeit	W_{gesamt} [J/cm ²]	0,685	0,261	0,300	0,133	0,266	0,545
		$W_{0-0,2m}$ [J/cm ²]	0,500	0,198	0,240	0,104	0,182	0,442
$W_{0,2-0,4m}$ [J/cm ²]		0,079	0,028	0,031	0,013	0,032	0,055	
Erweichungspunkt RuK [°C]		57,4	53,0	54,0	50,0	52,5	56,1	
Nadelpenetration [mm/10]		30,3	41,7	37,3	54,7	47,3	30,3	
DSR 60 °C, 1,59 Hz	δ [°]	79,8	82,8	82,6	84,0	83,2	81,6	
	G^* [Pa]	9.937	5.274	5.704	3.371	4.630	7.703	
BBR -16 °C	S [MPa]	222,2	139,7	197,9	109,8	168,8	227,7	
	m-Wert [-]	0,3620	0,4773	0,4264	0,4813	0,4020	0,3403	

Tab. 35: Erhobene Bitumenkenndaten der ersten Vergleichsuntersuchung

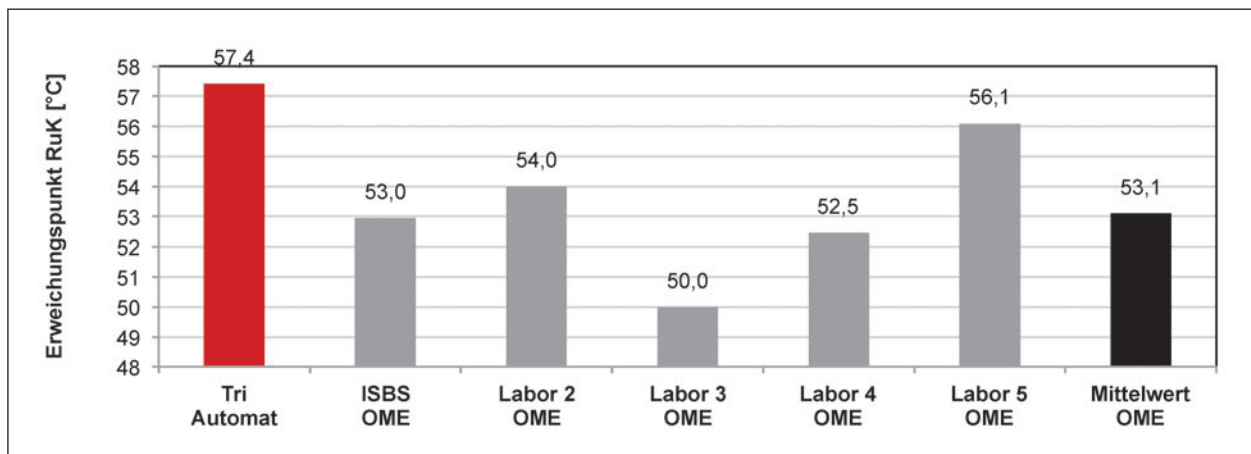


Bild 145: Vergleichsuntersuchung 1: Erweichungspunkt Ring und Kugel von Straßenbaubitumen 50/70 nach Extraktion aus AC 22 T S mittels Tri und OME

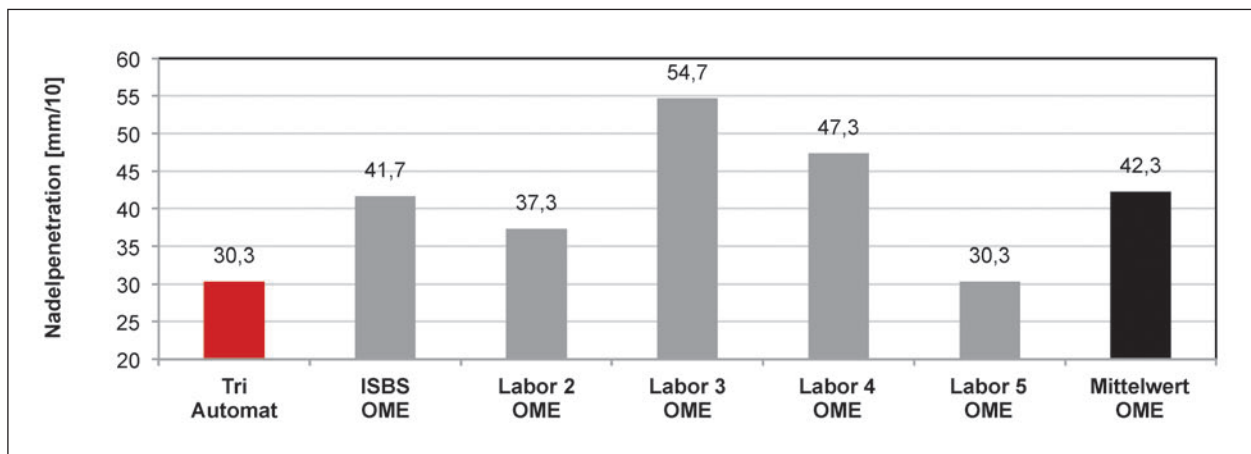


Bild 146: Vergleichsuntersuchung 1: Nadelpenetration von Straßenbaubitumen 50/70 nach Extraktion aus AC 22 T S mittels Tri und OME

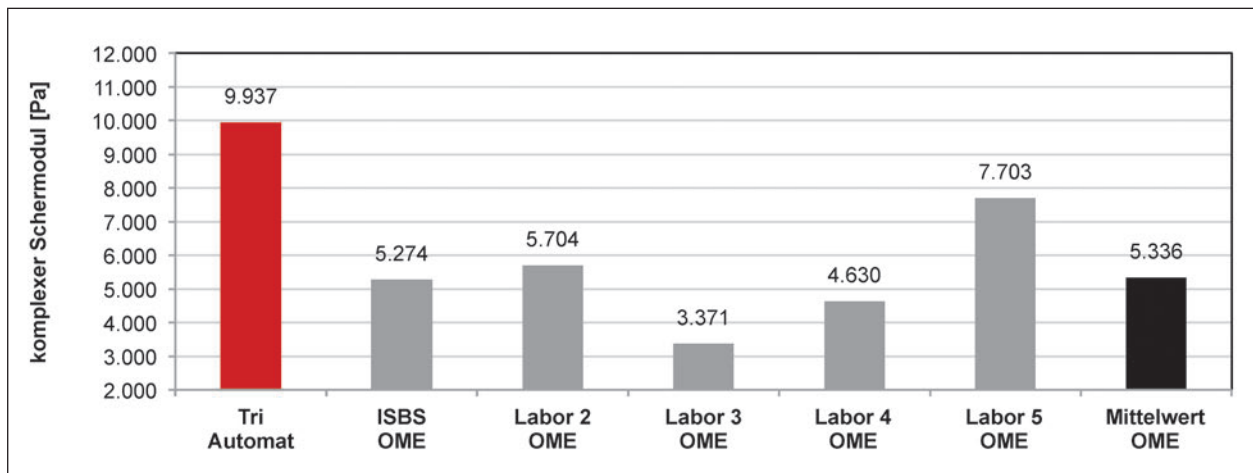


Bild 147: Vergleichsuntersuchung 1: Komplexer Schermodul bei 60 °C und 1,59 Hz von Straßenbaubitumen 50/70 nach Extraktion aus AC 22 T S mittels Tri und OME

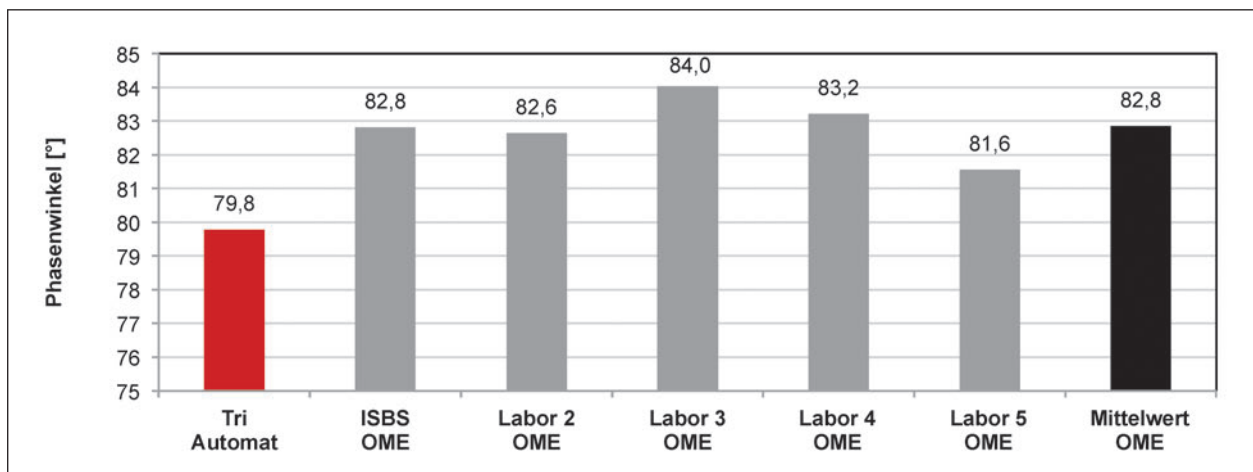


Bild 148: Vergleichsuntersuchung 1: Phasenwinkel bei 60 °C und 1,59 Hz von Straßenbaubitumen 50/70 nach Extraktion aus AC 22 T S mittels Tri und OME

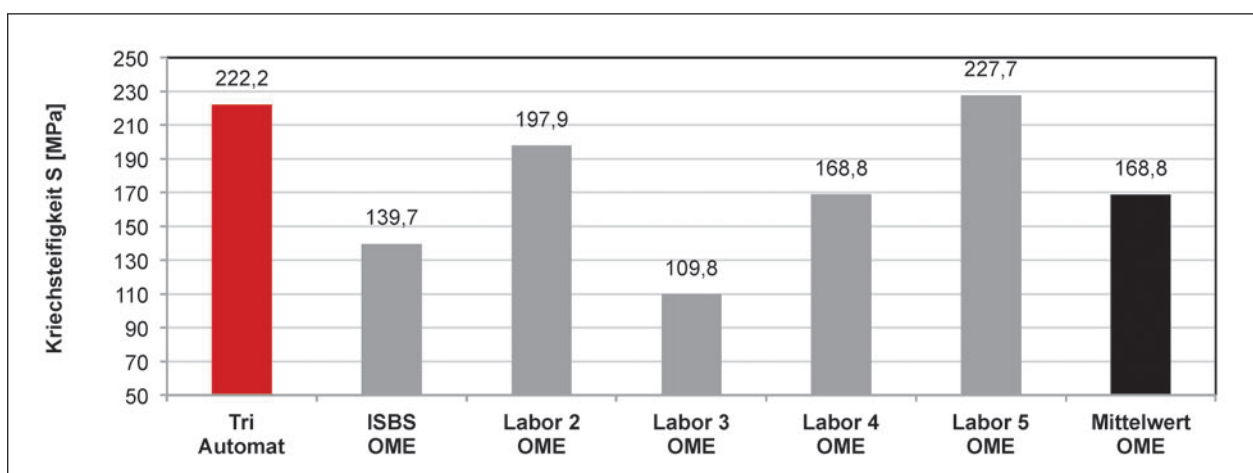


Bild 149: Vergleichsuntersuchung 1: Biegekriechsteifigkeit bei -16 °C von Straßenbaubitumen 50/70 nach Extraktion aus AC 22 T S mittels Tri und OME

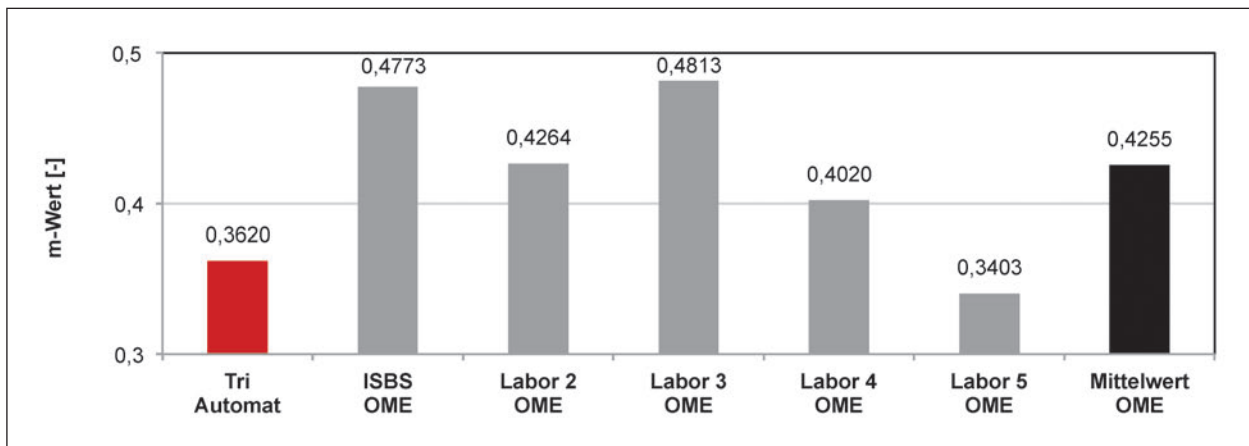


Bild 150: Vergleichsuntersuchung 1: m-wert bei -16 °C von Straßenbaubitumen 50/70 nach Extraktion aus AC 22 T S mittels Tri und OME

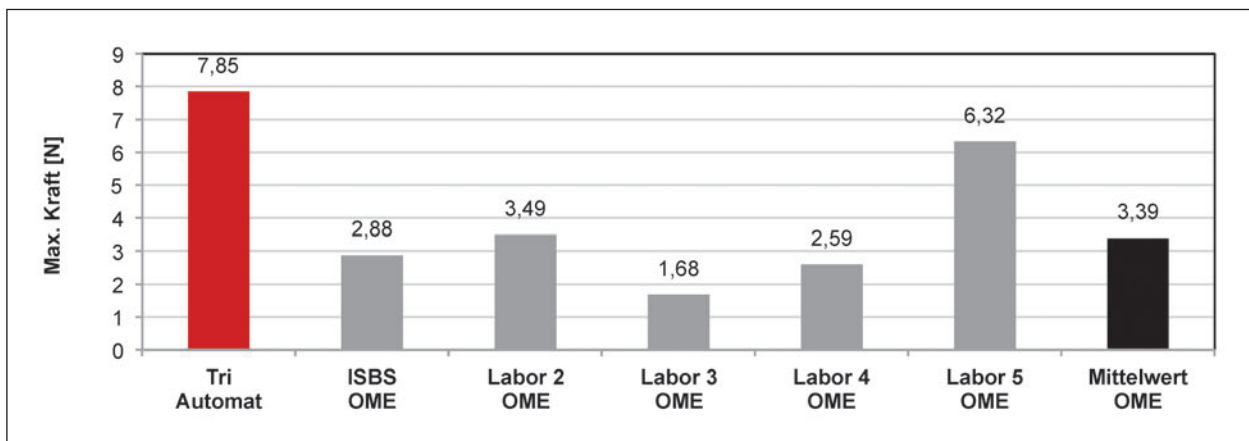


Bild 151: Vergleichsuntersuchung 1: Maximale Kraft in der Kraft-Duktilitäts-Prüfung bei 25 °C von Straßenbaubitumen 50/70 nach Extraktion aus AC 22 T S mittels Tri und OME

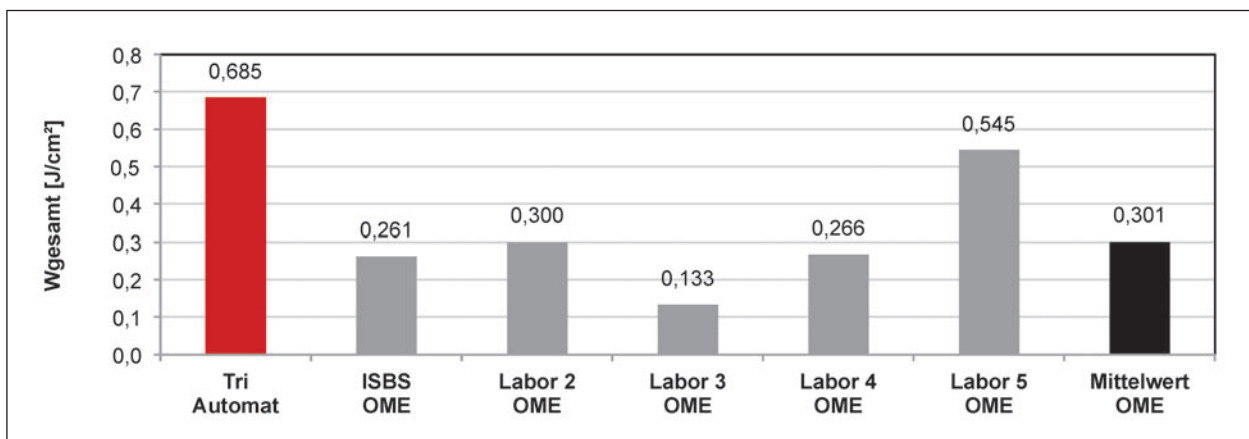


Bild 152: Vergleichsuntersuchung 1: Gesamte Verformungsarbeit in der Kraft-Duktilitäts-Prüfung bei 25 °C von Straßenbaubitumen 50/70 nach Extraktion aus AC 22 T S mittels Tri und OME

4.4.2 MA 11 S mit Straßenbaubitumen 20/30 V (V10)

Die Tabellen 36 und 37 und Diagramme (Bilder 153 bis 164) zeigen die Ergebnisse der Vergleichsuntersuchungen für Asphaltmischgutvariante MA 11 S mit Straßenbaubitumen 20/30 V (V10).

V10_MA 11 S mit 20/30 V		ISBS Tri	ISBS OME	Labor 2 OME	Labor 3 OME	Labor 4 OME	Labor 5 OME
Siebdurchgang [M.-%]	31,5 mm	100,00	100,00	100,00	*	100,00	100,00
	22,4 mm	100,00	100,00	100,00	*	100,00	100,00
	16 mm	100,00	100,00	100,00	*	100,00	100,00
	11,2 mm	99,38	99,58	98,70	*	99,26	99,44
	8 mm	81,52	83,13	81,13	*	81,33	81,94
	5,6 mm	66,96	68,98	66,12	*	67,97	67,99
	2 mm	51,98	53,85	51,87	*	52,53	52,91
	1 mm	44,87	46,49	44,89	*	45,32	45,55
	0,25 mm	27,86	28,63	27,47	*	28,33	27,83
	0,125 mm	23,23	23,75	23,16	*	23,50	23,47
0,063 mm	22,19	22,47	21,97	*	22,30	22,21	
B _{Diff.} [M.-%]		6,72	7,15	6,64	*	7,14	6,73
B _{Rückgew.} [M.-%]		6,79	7,20	6,42	*	6,88	6,09
* Ergebnisse liegen nicht vor							

Tab. 36: Kenndaten aus durchgeführten Mischgutanalysen der zweiten Vergleichsuntersuchung

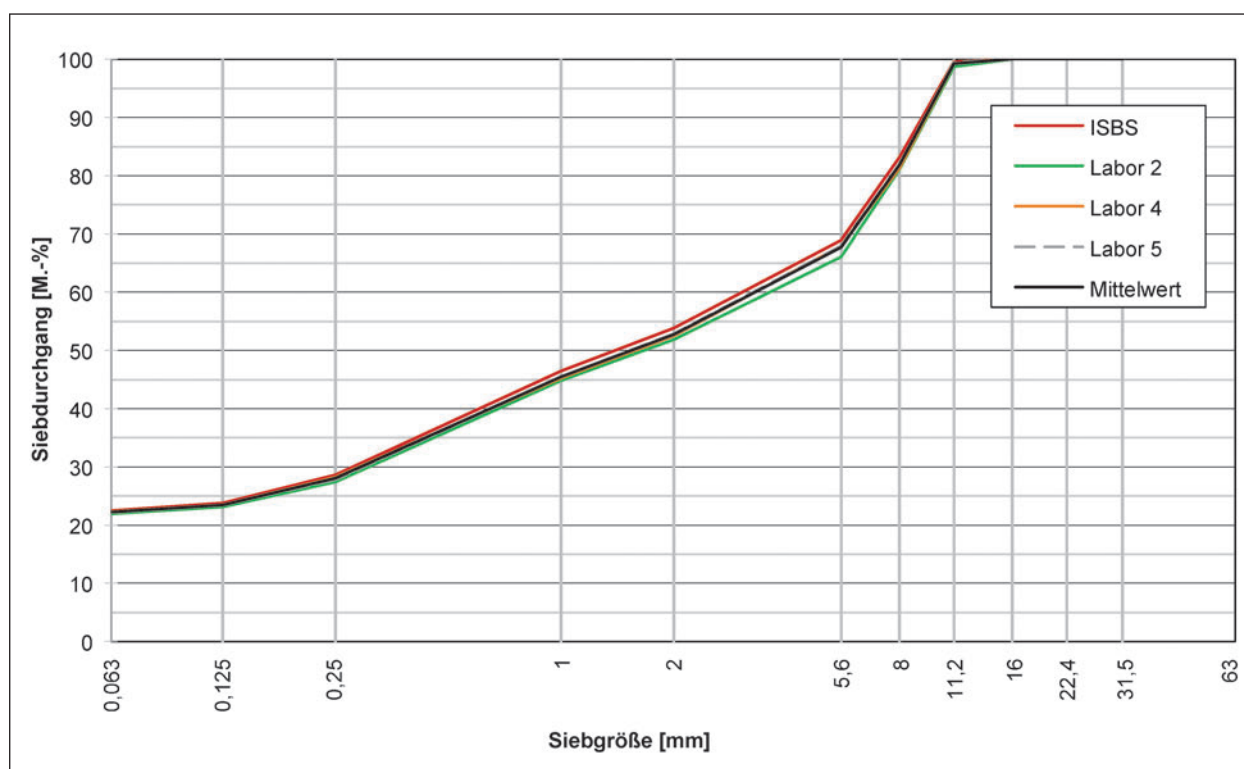


Bild 153: Vergleichsuntersuchung 2: Sieblinien für MA 11 S mit Straßenbaubitumen 20/30 V, ermittelt nach Extraktion mittels OME

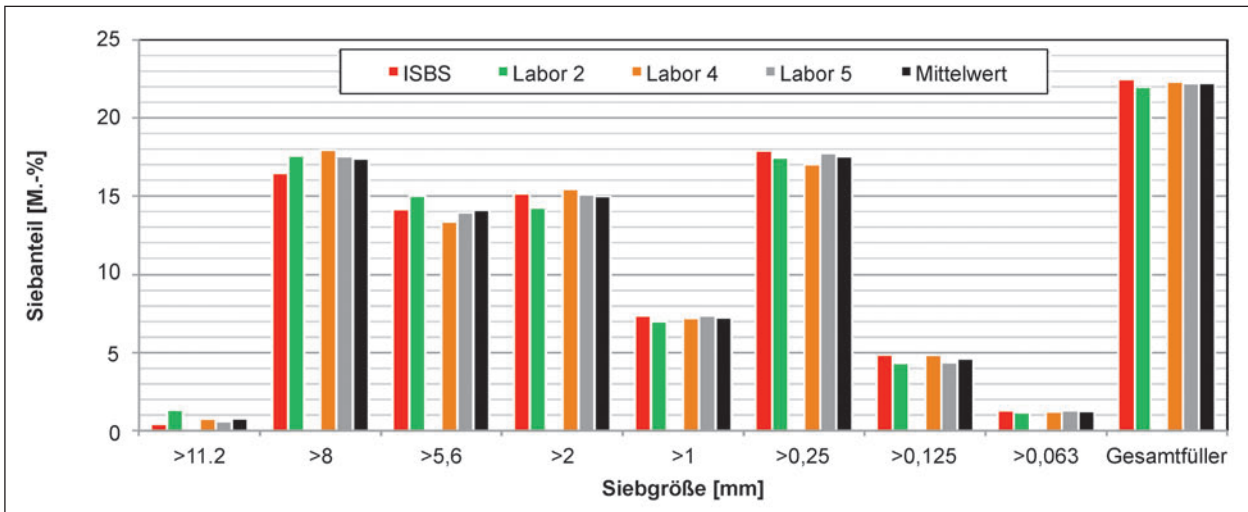


Bild 154: Vergleichsuntersuchung 2: Verteilung der Korngrößen für MA 11 S mit Straßenbaubitumen 20/30 V, ermittelt nach Extraktion mittels OME

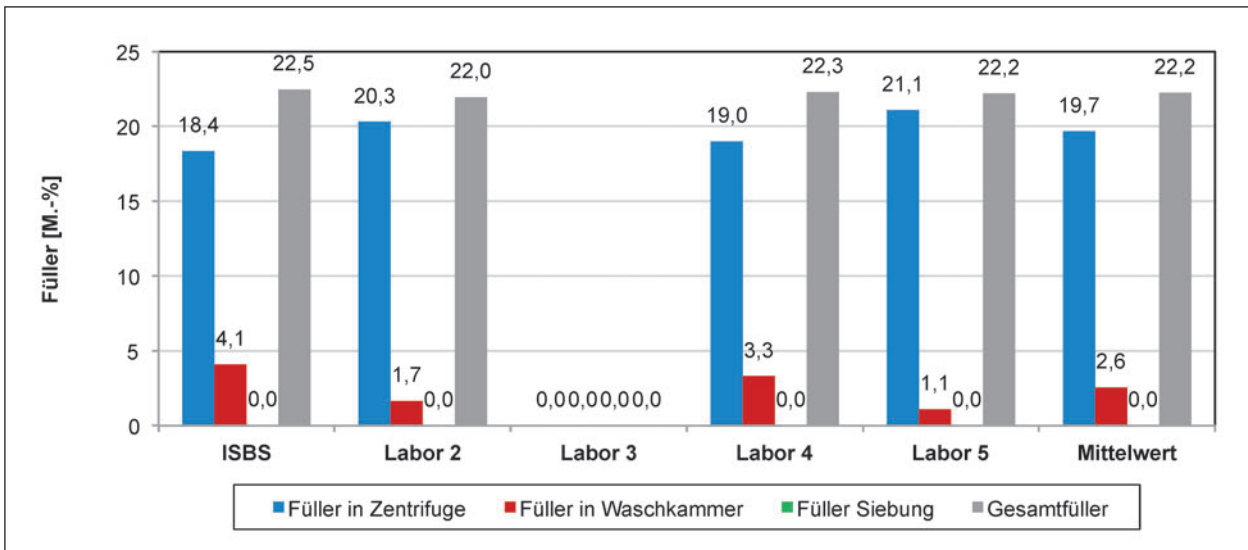


Bild 155: Vergleichsuntersuchung 2: Fülleranteile und resultierender Füllergehalt für MA 11 S mit Straßenbaubitumen 20/30 V, ermittelt nach Extraktion mittels OME

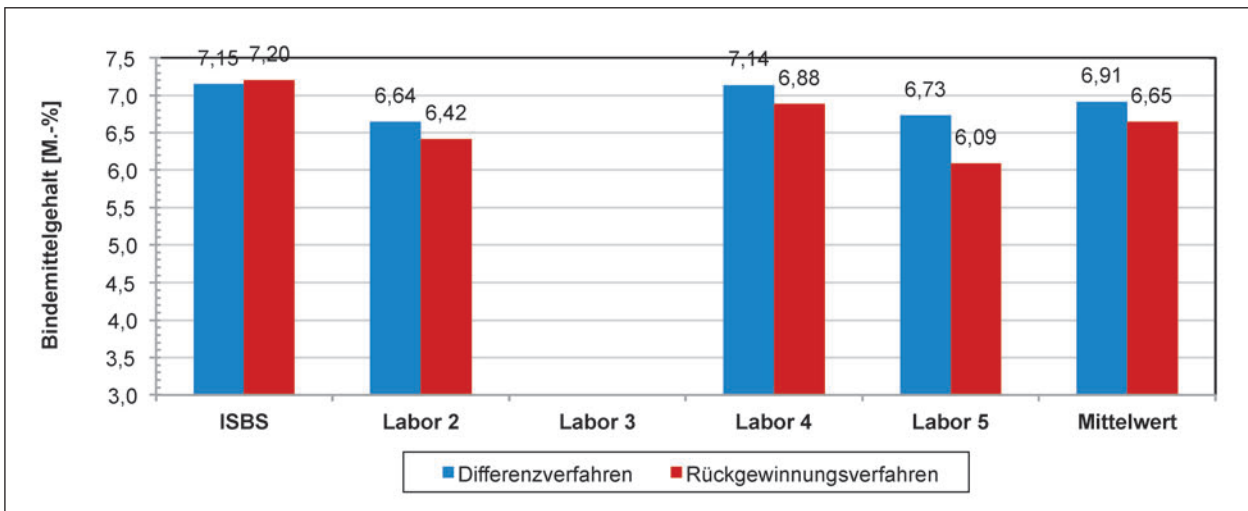


Bild 156: Vergleichsuntersuchung 2: Bindemittelgehalt nach Differenzverfahren und nach Rückgewinnungsverfahren für MA 11 S mit Straßenbaubitumen 20/30 V, ermittelt nach Extraktion mittels OME

V10_20/30 V aus MA 11 S			ISBS Tri	ISBS OME	Labor 2 OME	Labor 3 OME	Labor 4 OME	Labor 5 OME
Kraftduktilität @ 25 °C	Duktilität [mm]		1.000	1.000	1.000	*	1.000	1.000
	Max. Kraft [N]		16,49	15,53	7,07	*	11,52	16,35
	Verformungsarbeit	W_{gesamt} [J/cm ²]	0,863	0,739	0,489	*	0,417	0,611
		$W_{0-0,2m}$ [J/cm ²]	0,760	0,534	0,311	*	0,357	0,526
$W_{0,2-0,4m}$ [J/cm ²]		0,070	0,080	0,056	*	0,032	0,045	
Erweichungspunkt RuK [°C]			84,1	87,4	86,8	*	85,6	88,4
Nadelpenetration [mm/10]			27,3	30,3	36,0	*	25,3	29,0
DSR 60 °C, 1,59 Hz	δ [°]		65,0	64,5	69,1	*	69,2	70,9
	G^* [Pa]		36.334	26.202	17.340	*	17.320	20.105
BBR -16 °C	S [MPa]		336,6	301,1	219,8	*	233,2	281,8
	m-Wert [-]		0,2660	0,3490	0,3383	*	0,2808	0,2953
* Ergebnisse liegen nicht vor								

Tab. 37: Erhobene Bitumenkenndaten der zweiten Vergleichsuntersuchung

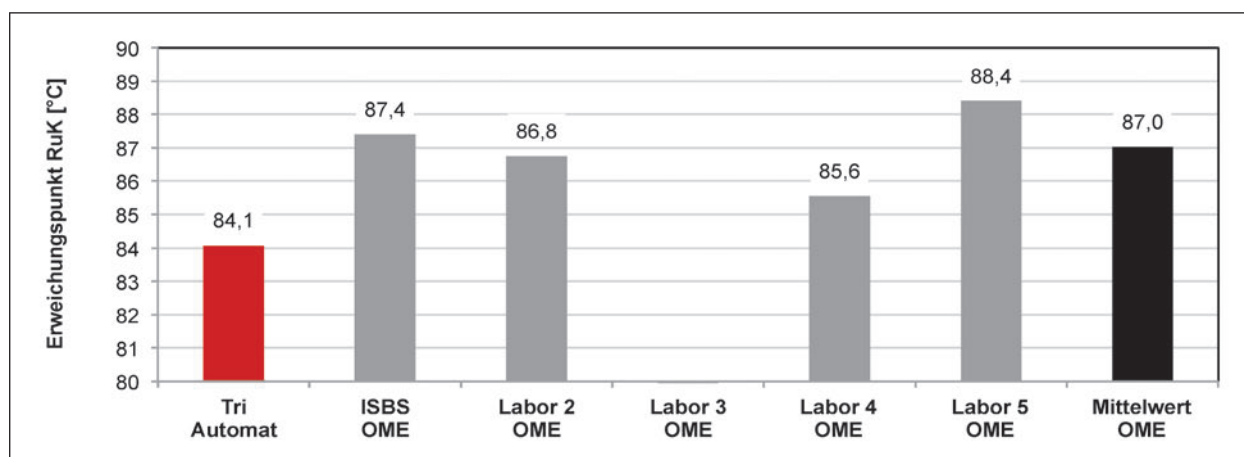


Bild 157: Vergleichsuntersuchung 2: Erweichungspunkt Ring und Kugel von Straßenbaubitumen 20/30 V nach Extraktion aus MA 11 S mittels Tri und OME

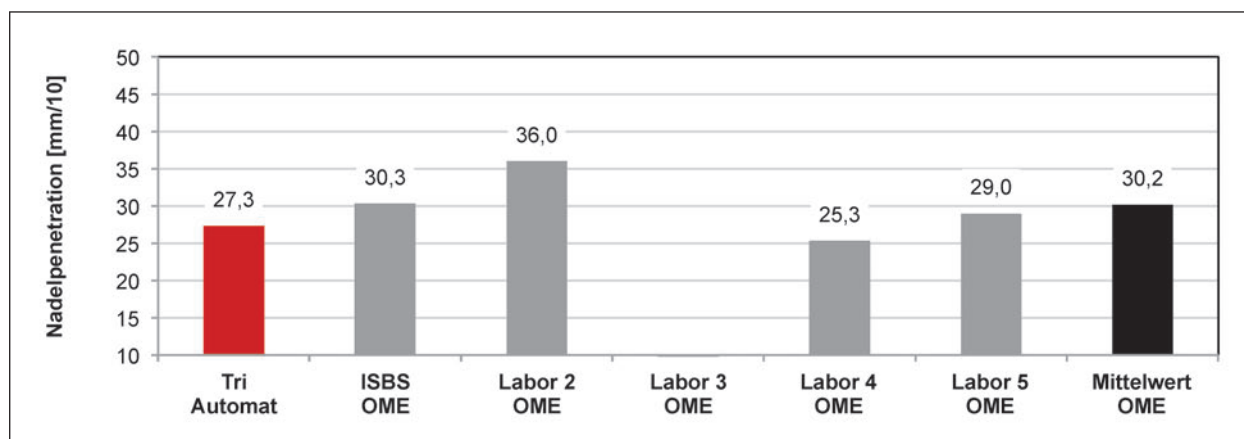


Bild 158: Vergleichsuntersuchung 2: Nadelpenetration von Straßenbaubitumen 20/30 V nach Extraktion aus MA 11 S mittels Tri und OME

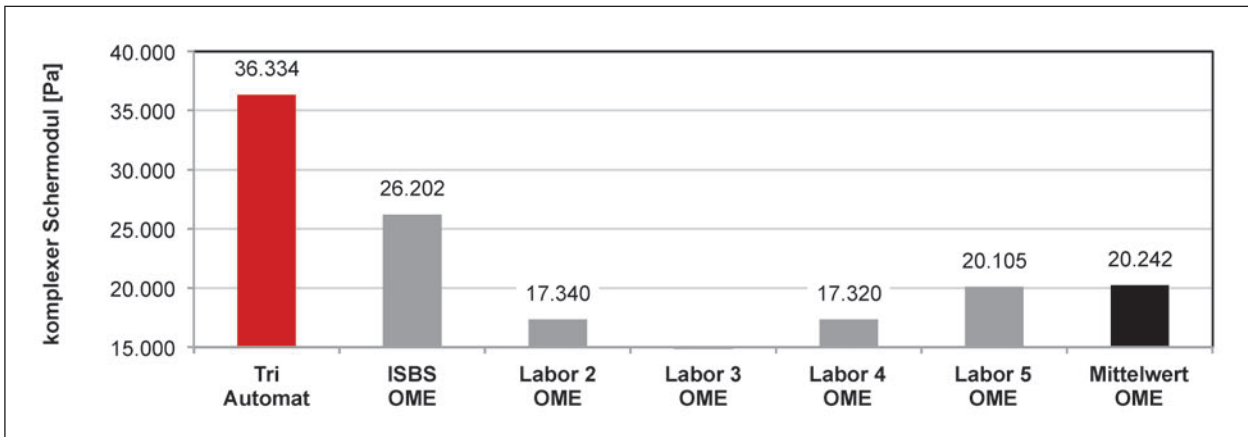


Bild 159: Vergleichsuntersuchung 2: Komplexer Schermodul bei 60 °C und 1,59 Hz von Straßenbaubitumen 20/30 V nach Extraktion aus MA 11 S mittels Tri und OME

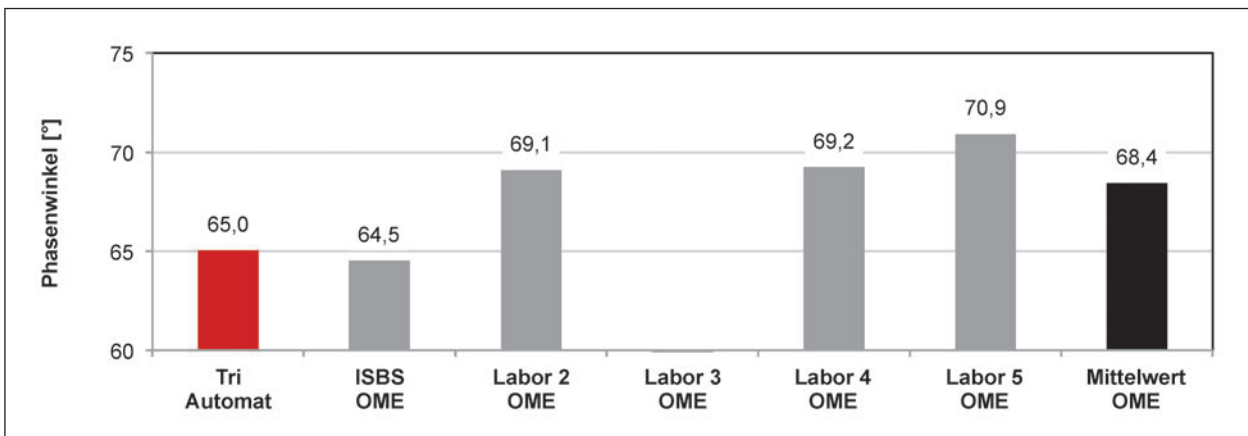


Bild 160: Vergleichsuntersuchung 2: Phasenwinkel bei 60 °C und 1,59 Hz von Straßenbaubitumen 20/30 V nach Extraktion aus MA 11 S mittels Tri und OME

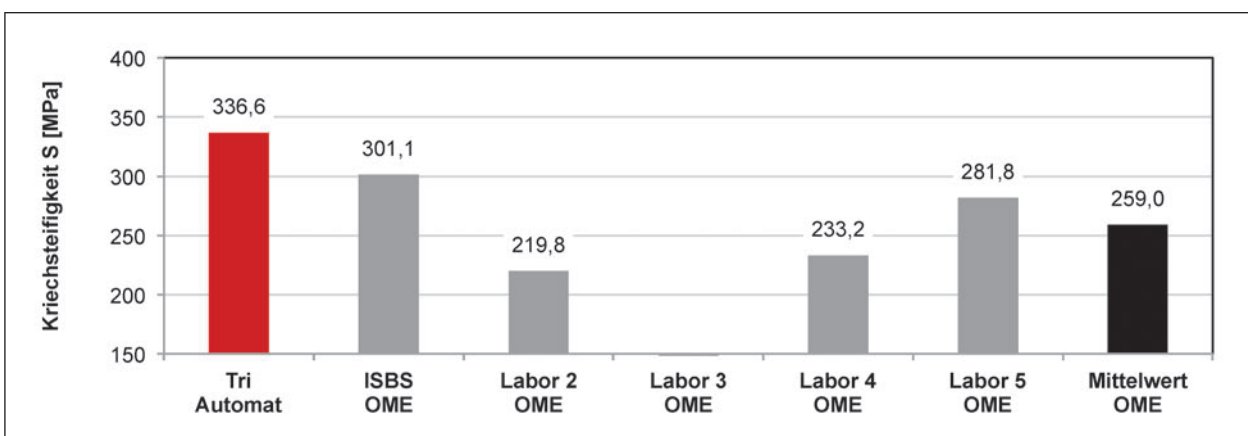


Bild 161: Vergleichsuntersuchung 2: Biegekriechsteifigkeit bei -16 °C von Straßenbaubitumen 20/30 V nach Extraktion aus MA 11 S mittels Tri und OME

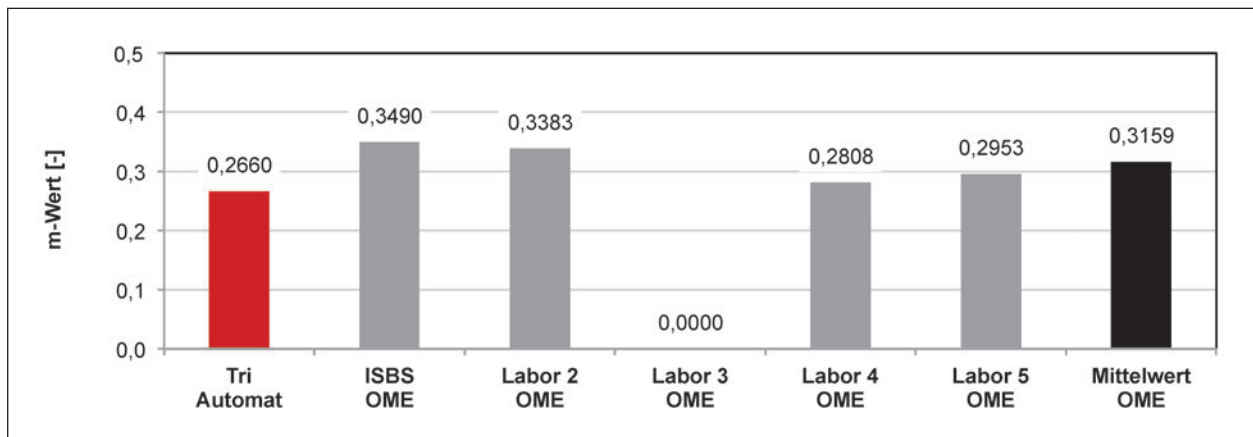


Bild 162: Vergleichsuntersuchung 2: m-Wert bei -16 °C von Straßenbaubitumen 20/30 V nach Extraktion aus MA 11 S mittels Tri und OME

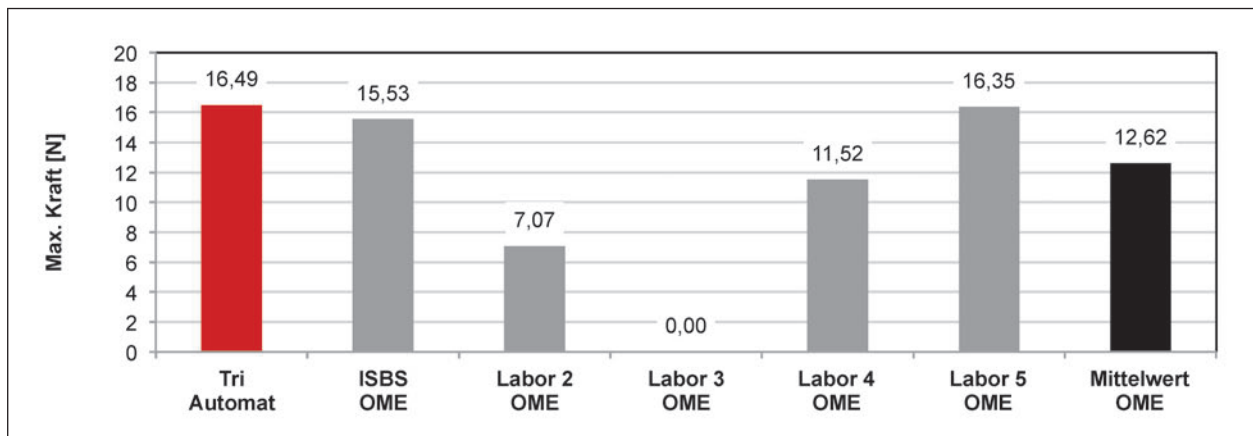


Bild 163: Vergleichsuntersuchung 2: Maximale Kraft in der Kraft-Duktilitäts-Prüfung bei 25 °C von Straßenbaubitumen 20/30 V nach Extraktion aus MA 11 S mittels Tri und OME

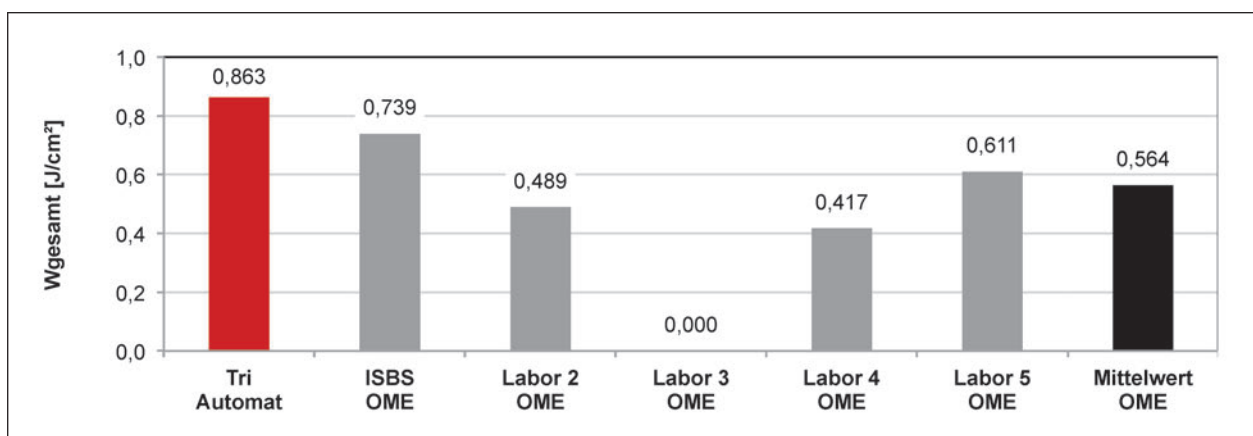


Bild 164: Vergleichsuntersuchung 2: Gesamte Verformungsarbeit in der Kraft-Duktilitäts-Prüfung bei 25 °C von Straßenbaubitumen 20/30 V nach Extraktion aus MA 11 S mittels Tri und OME

4.4.3 SMA 8 S mit polymermodifiziertem Bitumen 25/55-55 A (V9)

Die Tabellen 38 und 39 und Diagramme (Bilder 165 bis 176) zeigen die Ergebnisse der Vergleichsuntersuchungen für Asphaltmischgutvariante SMA 8 S mit polymermodifiziertem Bitumen 25/55-55 A (V9).

V9_SMA 8 S mit 25/55-55 A		ISBS Tri	ISBS OME	Labor 2 OME	Labor 3 OME	Labor 4 OME	Labor 5 OME
Siebdurchgang [M.-%]	31,5 mm	100,00	100,00	*	*	100,00	*
	22,4 mm	100,00	100,00	*	*	100,00	*
	16 mm	100,00	100,00	*	*	100,00	*
	11,2 mm	100,00	100,00	*	*	100,00	*
	8 mm	95,07	96,38	*	*	95,79	*
	5,6 mm	49,27	49,62	*	*	48,65	*
	2 mm	27,62	27,86	*	*	27,36	*
	1 mm	21,45	21,54	*	*	21,32	*
	0,25 mm	14,74	14,79	*	*	14,73	*
	0,125 mm	11,98	12,01	*	*	11,89	*
	0,063 mm	9,50	9,44	*	*	9,54	*
B_Diff. [M.-%]		7,06	7,10	*	*	7,31	*
B_Rückgew. [M.-%]		7,05	7,16	*	*	7,14	*
* Ergebnisse liegen nicht vor							

Tab. 38: Kenndaten aus durchgeführten Mischgutanalysen der dritten Vergleichsuntersuchung

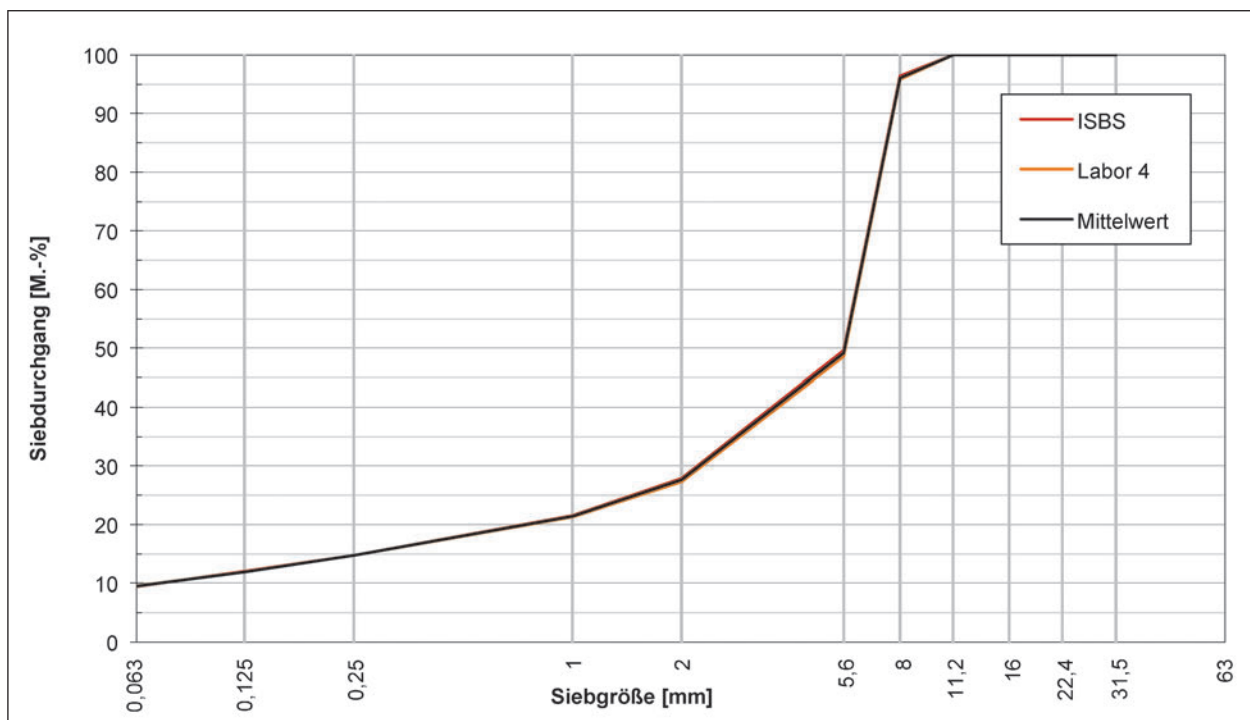


Bild 165: Vergleichsuntersuchung 3: Sieblinien für SMA 8 S mit polymermodifiziertem Bitumen 25/55-55 A, ermittelt nach Extraktion mittels OME

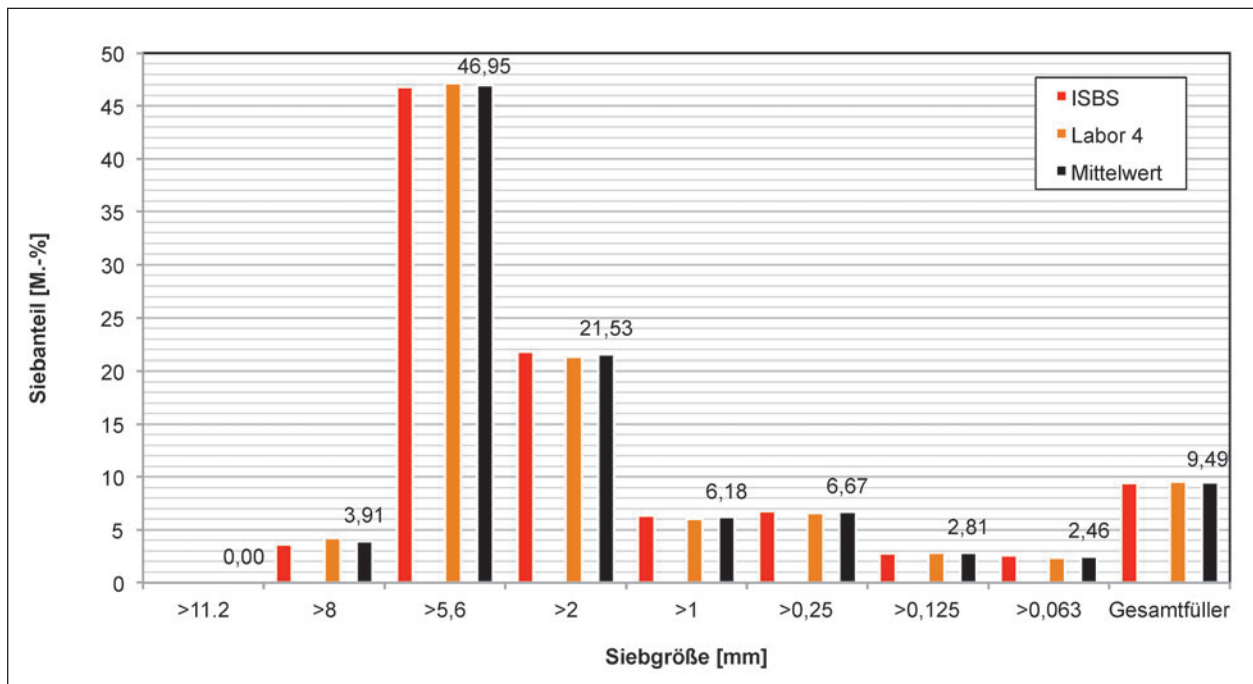


Bild 166: Vergleichsuntersuchung 3: Verteilung der Korngrößen für SMA 8 S mit polymermodifiziertem Bitumen 25/55-55 A, ermittelt nach Extraktion mittels OME

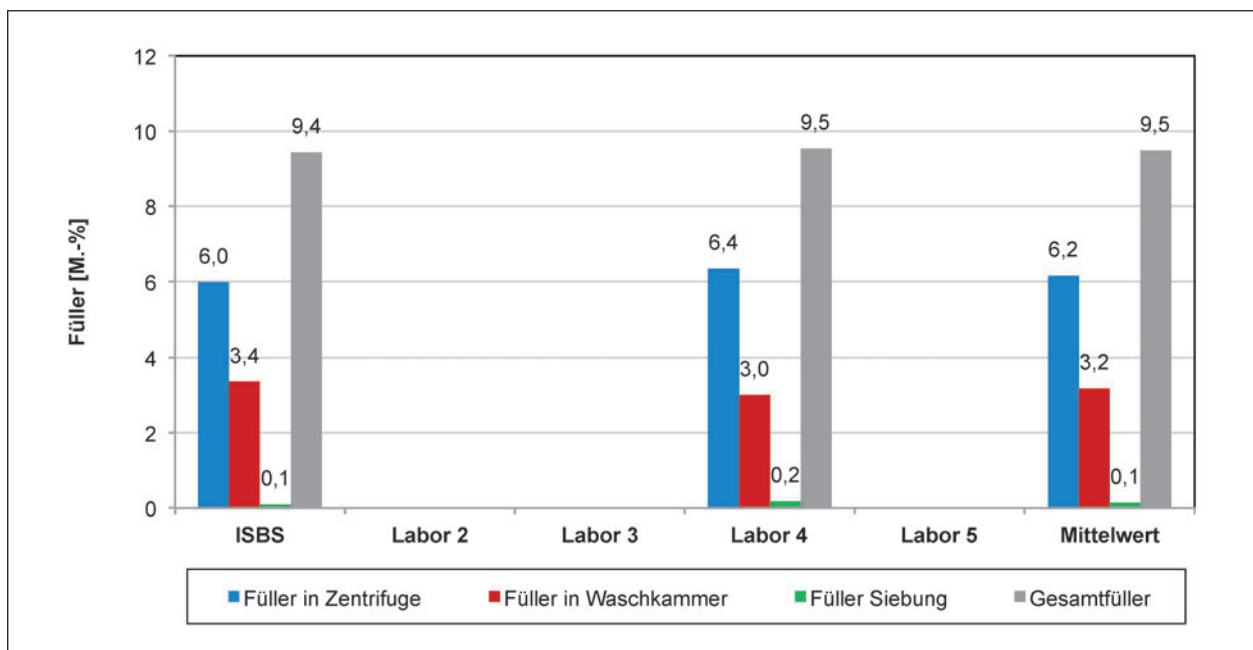


Bild 167: Vergleichsuntersuchung 3: Fülleranteile und resultierender Füllergehalt für SMA 8 S mit polymermodifiziertem Bitumen 25/55-55 A, ermittelt nach Extraktion mittels OME

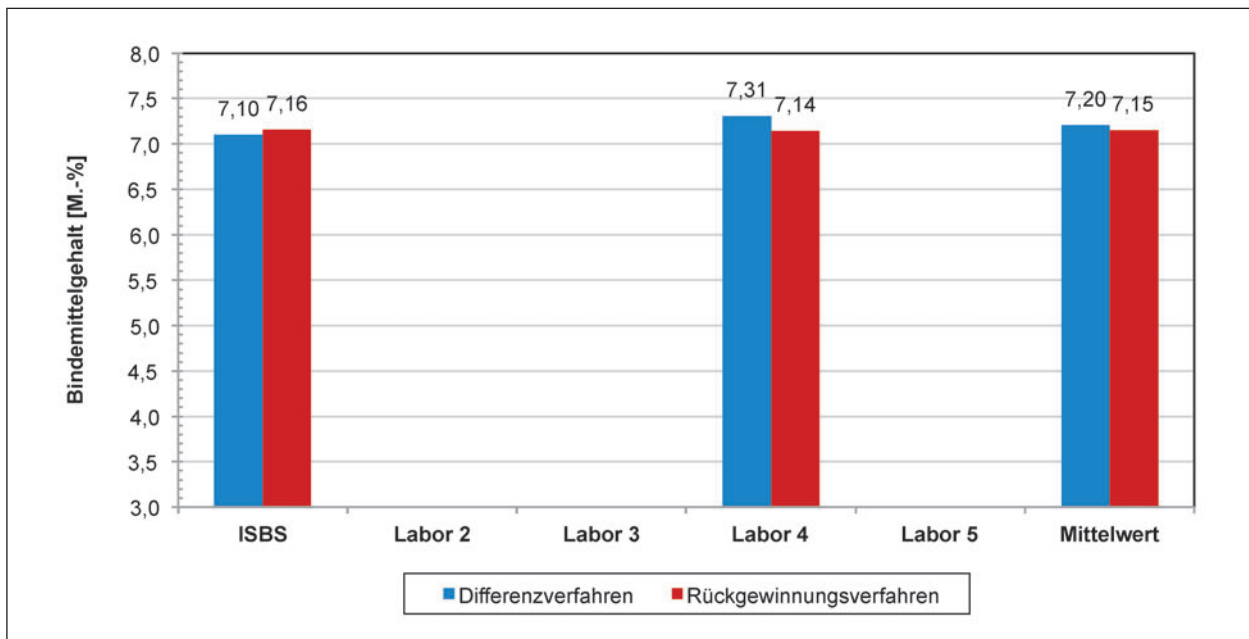


Bild 168: Vergleichsuntersuchung 3: Bindemittelgehalt nach Differenzverfahren und nach Rückgewinnungsverfahren für SMA 8 S mit polymermodifiziertem Bitumen 25/55-55 A, ermittelt nach Extraktion mittels OME

V9_25/55-55 A aus SMA 8 S			ISBS Tri	ISBS OME	Labor 2 OME	Labor 3 OME	Labor 4 OME	Labor 5 OME
Kraftduktilität @ 25 °C	Duktilität [mm]		904	1000	*	*	1.000	*
	Max. Kraft [N]		5,85	2,11	*	*	2,06	*
	Verformungs- arbeit	W_{gesamt} [J/cm ²]	1,7664	0,7787	*	*	0,672	*
		$W_{0-0,2m}$ [J/cm ²]	0,6860	0,2511	*	*	0,236	*
$W_{0,2-0,4m}$ [J/cm ²]		0,5220	0,1897	*	*	0,163	*	
Erweichungspunkt RuK [°C]			61,9	56,5	*	*	56,1	*
Nadelpenetration [mm/10]			33,3	51,7	*	*	42,0	*
Elastische Rückstellung [%]			71,5	71,5	*	*	72,0	*
DSR 60 °C, 1,59 Hz	δ [°]		69,4	72,4	*	*	72,2	*
	G^* [Pa]		12.347	6.291	*	*	6.313	*
BBR -16 °C	S [MPa]		191,4	112,8	*	*	131,5	*
	m-Wert [-]		0,3697	0,4747	*	*	0,4123	*
MSCRT 60 °C	R_{100} [%]		49,7	38,5	*	*	36,927	*
	R_{1600} [%]		47,0	31,5	*	*	29,935	*
	R_{3200} [%]		42,0	25,4	*	*	24,198	*
	$J_{nr 100}$ [kPa ⁻¹]		0,2656	0,6913	*	*	0,738	*
	$J_{nr 1600}$ [kPa ⁻¹]		0,2865	0,8147	*	*	0,864	*
	$J_{nr 3200}$ [kPa ⁻¹]		0,3275	0,9395	*	*	0,990	*
* Ergebnisse liegen nicht vor								

Tab. 39: Erhobene Bitumenkenndaten der dritten Vergleichsuntersuchung

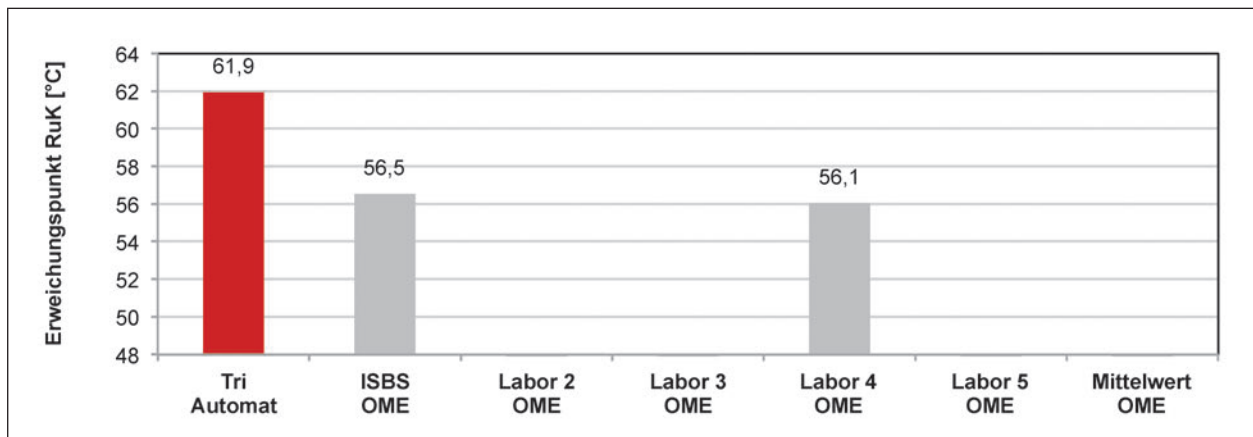


Bild 169: Vergleichsuntersuchung 3: Erweichungspunkt Ring und Kugel von polymermodifiziertem Bitumen 25/55-55 A nach Extraktion aus SMA 8 S mittels Tri und OME

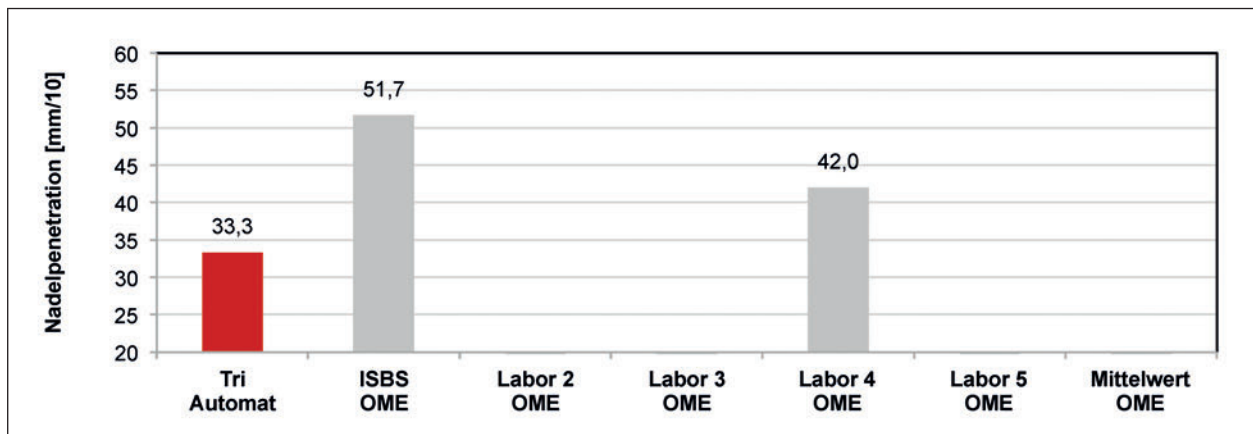


Bild 170: Vergleichsuntersuchung 3: Nadelpenetration von polymermodifiziertem Bitumen 25/55-55 A nach Extraktion aus SMA 8 S mittels Tri und OME

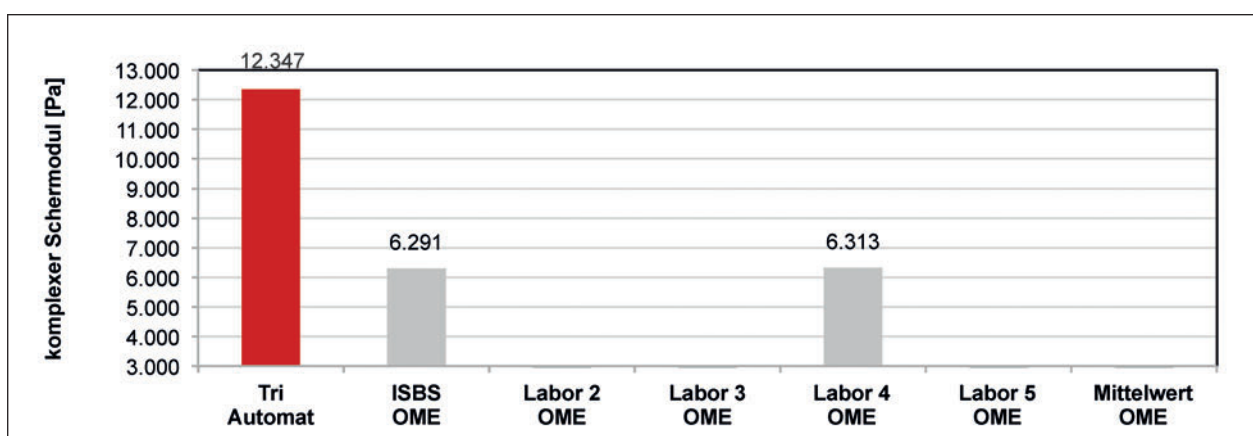


Bild 171: Vergleichsuntersuchung 3: Komplexer Schermodul bei 60 °C und 1,59 Hz von polymermodifiziertem Bitumen 25/55-55 A nach Extraktion aus SMA 8 S mittels Tri und OME

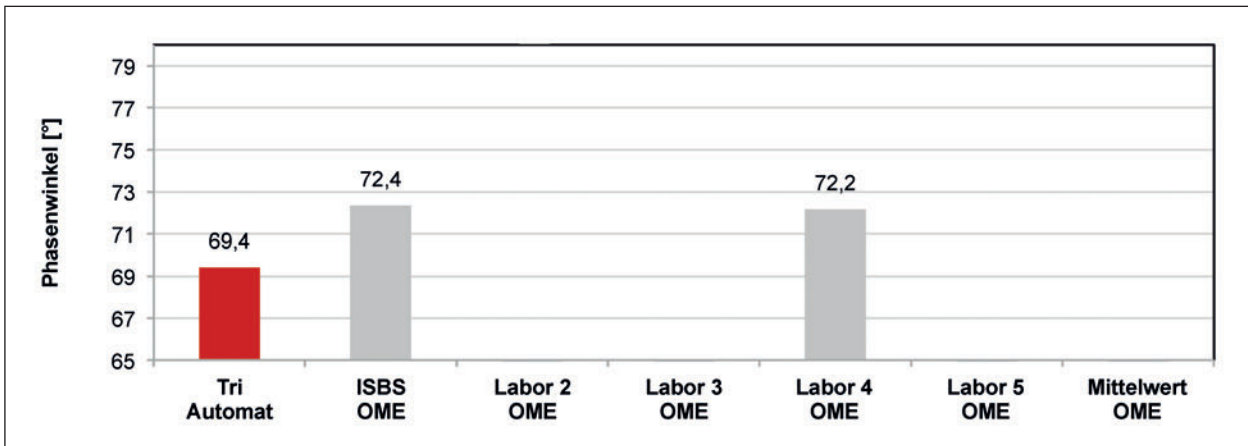


Bild 172: Vergleichsuntersuchung 3: Phasenwinkel bei 60 °C und 1,59 Hz von polymermodifiziertem Bitumen 25/55-55 A nach Extraktion aus SMA 8 S mittels Tri und OME

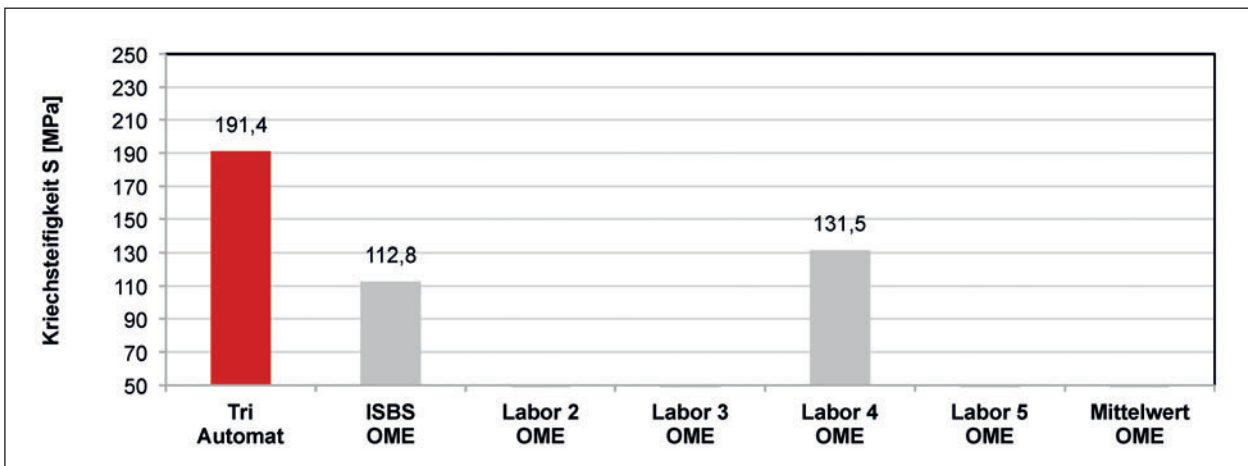


Bild 173: Vergleichsuntersuchung 3: Biegekriechsteifigkeit bei -16 °C von polymermodifiziertem Bitumen 25/55-55 A nach Extraktion aus SMA 8 S mittels Tri und OME

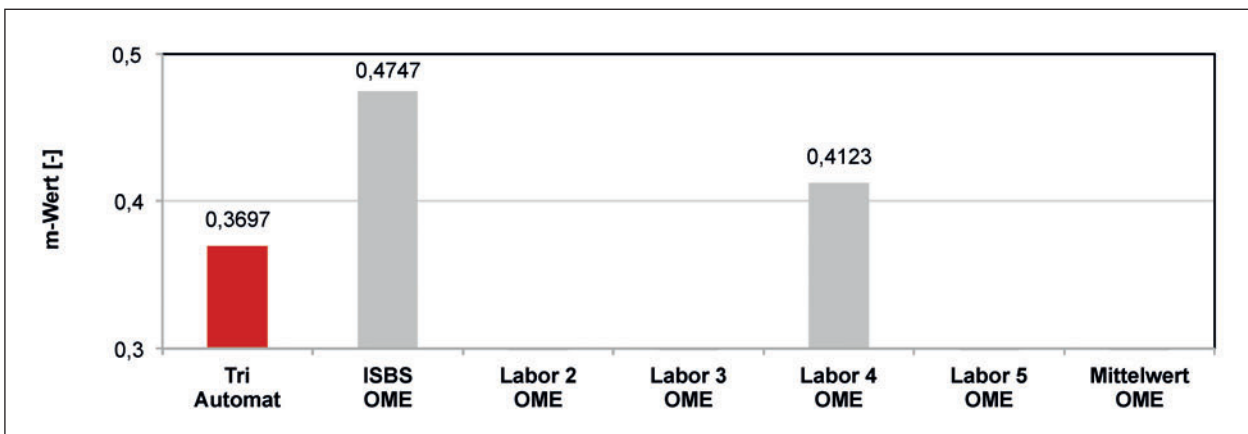


Bild 174: Vergleichsuntersuchung 3: m-Wert bei -16 °C von polymermodifiziertem Bitumen 25/55-55 A nach Extraktion aus SMA 8 S mittels Tri und OME

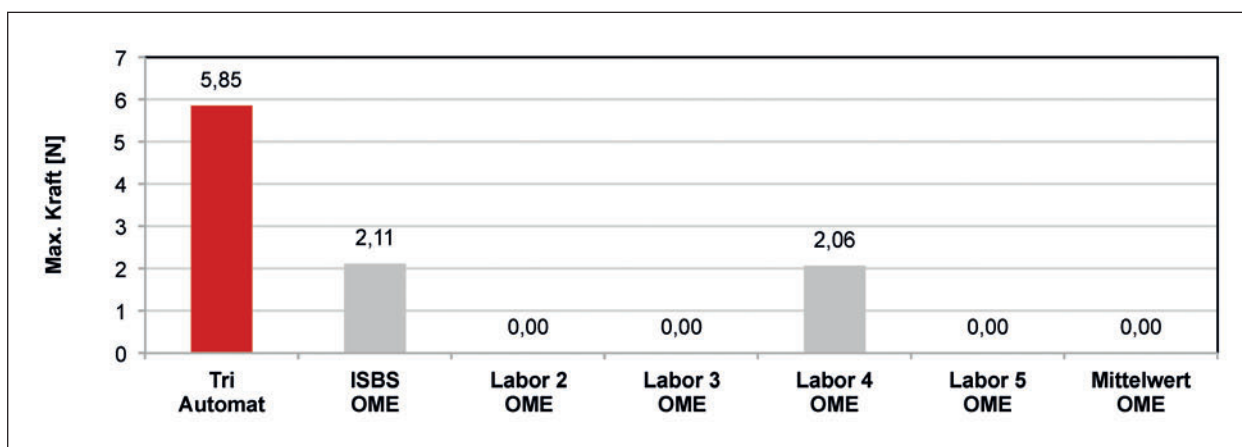


Bild 175: Vergleichsuntersuchung 3: Maximale Kraft in der Kraft-Duktilitäts-Prüfung bei 25 °C von polymermodifiziertem Bitumen 25/55-55 A nach Extraktion aus SMA 8 S mittels Tri und OME

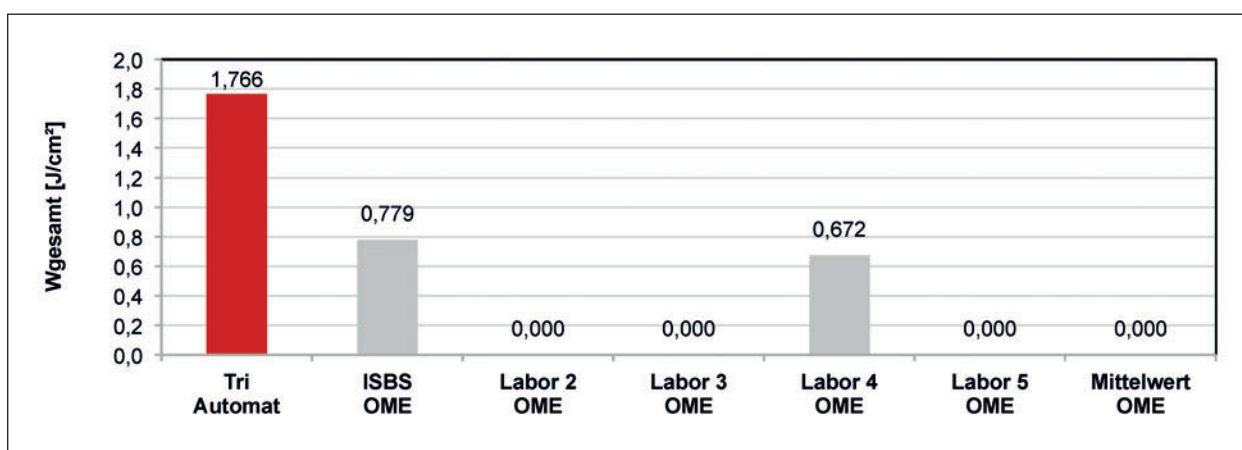


Bild 176: Vergleichsuntersuchung 3: Gesamte Verformungsarbeit in der Kraft-Duktilitäts-Prüfung bei 25 °C von polymermodifiziertem Bitumen 25/55-55 A nach Extraktion aus SMA 8 S mittels Tri und OME

5 Bewertung der Untersuchungsergebnisse

Die Anzahl der geprüften Asphaltmischgutvarianten lässt erkennen, in welchem Maße mit Änderungen in den Ergebnissen durch die Anwendung von OME anstelle Tri als Lösemittel bei der Extraktion und Bindemittelrückgewinnung zu rechnen ist. Jedenfalls liegen aber auch nach dem durchgeführten Untersuchungsprogramm zu wenige Ergebnisse für eine statistische Absicherung vor bzw. können daraus allgemeingültige Aussagen abgeleitet werden.

Im Folgenden werden die im Rahmen dieses Forschungsprojekts gewonnenen Erkenntnisse aus den Lösemitteluntersuchungen, der Variation der Verfahrensparameter, der Asphaltmischgutanalyse, den physikalischen Eigenschaften rückgewonnener Bindemittel sowie die wirtschaftlichen Folgen durch die Verwendung von OME anstelle von Tri diskutiert.

5.1 Lösemittelleigenschaften

Für die durchgeführten Untersuchungen kam ein Octansäuremethylester (OME) mit einem angegebenen Reinheitsgrad von 99,5 % zur Anwendung. OME wirkt reizend auf Haut, Augen und Verdauungstrakt, ist aber gemäß Gefahrstoffverordnung weder als gesundheitsschädlich, noch als giftig oder sehr giftig einzustufen. Untersuchungen mittels GCMS-Analyse zeigen, dass in sehr geringen Mengen andere, chemisch ähnliche Verbindungen im Lösemittel OME vorhanden sind, von denen aufgrund der sehr geringen Konzentration nicht von einer Gefährdung ausgegangen werden kann. Aus Sicht des Gesundheitsschutzes und der Arbeitssicherheit liegen derzeit keine Erkenntnisse vor, die eine Einstufung von OME bei der Verwendung als Lösemittel zur automatisierten Extraktion von Bitumen aus Asphaltmischgut als bedenklich oder ungeeignet erfordern.

OME hat einen intensiven Geruch, der bereits in Spuren wahrnehmbar ist und oft als störend empfunden wird. Setzen sich Lösemitteldämpfe in den Haaren, der Kleidung oder an Oberflächen ab, nimmt schnell der gesamte Laborbereich den Geruch des Lösemittels an. Dieser verfliegt aufgrund des hohen Siedepunkts von OME (ca. 193 °C) nur sehr langsam. Subjektiv kann es bei längerem Kontakt mit Lösemitteldämpfen zu psychosomatischen Beeinträchtigungen (z. B. Kopfschmerzen, Übelkeit, Reizhusten oder Schwindelanfälle) kommen, die jedoch keine toxische Ursache haben. Das Reinigen von Oberflächen mit anderen Pflanzenölestern sowie das häufigere Reinigen bzw. Wechseln der Arbeitsschutzbekleidung können dabei die Verbreitung des Geruches bedingt hinauszögern.

Der stärkste Kontakt mit Lösemitteldämpfen entsteht bei der Entnahme des Verdampfungskolbens von der Extraktionsanlage bzw. vom Rotationsverdampfer sowie beim Öffnen von Waschkammer und Zentrifuge. Für diese Verfahrensschritte empfiehlt sich daher das Tragen einer Atemschutzmaske.

Ab einer Temperatur von ca. 245 °C sind die Lösemitteldämpfe von OME bei Kontakt mit Sauerstoff spontan entflammbar. Dies führt zu einer erhöhten Explosionsgefahr. Um den Verdampfungs-Kondensations-Kreislauf bei der Heißeextraktion mit OME als Lösemittel starten zu können, werden trotz Isolierung der Außenwandung Temperaturen von ca. 400 °C benötigt. Dies führt zu einem hohen Explosionsrisiko. Die Anwendung der Heißeextraktion mit OME als Lösemittel darf daher aus Gründen der Arbeitssicherheit nicht erfolgen.

Tri weist im Vergleich zu OME bei Raumtemperatur eine 4-mal höhere Lösekraft auf. Da Lösevorgänge temperatur- und druckabhängig sind, kann OME durch die Anpassung der Parameter auch ein gutes Bitumenlösemittel sein. Die Prozesse bei der Extraktion von Bitumen aus Asphalt dauern dennoch bei Verwendung von OME als Lösemittel deutlich länger als bei Verwendung von Tri als Lösemittel.

Während der automatisierten Extraktion wird das verwendete Lösemittel kontinuierlich zurückgewonnen. Von den zur Extraktion notwendigen Lösemittelmengen (ca. 3 Liter) werden nach Abschluss der Extraktion lediglich ca. 200 ml gemeinsam mit dem Bitumen in den Verdampfungskolben überführt. Anschließend werden die beiden Phasen im Rotationsverdampfer getrennt. Nach 10-facher Anwen-

dung des Lösemittels zur Extraktion und anschließender Rückgewinnung konnte mittels GCMS-Analyse keine Veränderung des Lösemittels festgestellt werden.

5.2 Technische Rahmenbedingungen

Für die Anwendung von OME als Lösemittel für die Bindemittelrückgewinnung aus Asphaltmischgut in einem gängigen Asphaltlabor sind verschiedene technische Anpassungen notwendig.

Das Lösemittel OME weist einen sehr hohen Siedepunkt auf, welcher bei atmosphärischem Druck deutlich überschritten werden muss, um in einer Extraktionsanlage kontinuierlich rückgewonnen werden zu können. Die hohen Temperaturen würden einerseits ein hohes Risiko hinsichtlich Explosionsgefährdung darstellen und andererseits die Bindemittel stark verändern. Wird der Druck in einer Extraktionsanlage abgesenkt, kann der Prozess der Lösemittelrückgewinnung bei deutlich moderateren Temperaturen ablaufen und das Bindemittel wird geschont. Die automatische Extraktion von Bitumen aus Asphaltmischgut mit OME als Lösemittel sollte daher in einer geschlossenen Anlage deutlich unterhalb des Atmosphärendrucks erfolgen. Ein Großteil der derzeit im Umlauf befindlichen Extraktionsanlagen erfüllt diese Anforderungen nicht, da sie technisch einfacher gebaut sind.

Die Anforderungen an die Dichtheit der Extraktionsanlage führen zu sehr geringen OME-Emissionen, sofern die Abluft direkt in einen Laborabzug geleitet wird. Ein noch besserer Schutz vor Lösemitteldämpfen bietet eine Einhausung der Extraktionsanlage mit zusätzlicher Luftabsaugung. Diese wird jedoch nicht als zwingend erforderlich angesehen.

Die in diesem Forschungsprojekt verwendete Extraktionsanlage befindet sich noch in der Entwicklungsphase und weist insbesondere bei der Dichtigkeit Schwächen auf. Enthaltene Dichtungen sind teilweise nicht gegen OME beständig und weisen bereits nach kurzer Betriebs- oder Standdauer Undichtigkeiten auf. Für die Verwendung von OME als Lösemittel bei der Bindemittelrückgewinnung muss zunächst eine solche Extraktionsanlage angeschafft werden. Die Anwendbarkeit der Heißeextraktion mit OME als Lösemittel wird aus Arbeitsschutzgründen ausgeschlossen.

Die Rückgewinnung des Bindemittels durch Trennung der Lösemittelreste aus dem Bindemittel-Lösemittelgemisch nach Extraktion ist prinzipiell mit herkömmlichen Rotationsverdampfern möglich, jedoch mit den hier eingesetzten Verfahren nicht vollständig. Nicht abdestillierbare Reste des Lösemittels OME verbleiben somit in der Bitumenprobe. Es wird vermutet, dass der zur Destillation verwendete Gerätetyp einen starken Einfluss auf die im Bitumen verbleibende Lösemittelmenge hat. Vorhandene Destillationsanlagen können weiter verwendet werden, sofern enthaltene Dichtungen nicht direkt mit dem Lösemittel in Kontakt kommen und ein Druck von 5 ± 1 mbar konstant gehalten werden kann.

5.3 Einfluss von OME auf Ergebnisse der Mischgutanalyse

In Kapitel 4.2 ist gezeigt, dass die Spannweite der Einzelwerte für alle Ergebnisse der Mischgutanalyse (getrennt nach Extraktion mit Tri und OME)

geringer als die kritische Spannweite ist. Folglich gibt das arithmetische Mittel der fünf Einzelwerte einen präzisen Wert als Ergebnis an. Für die nachfolgenden Abbildungen werden die Differenzen der Ergebnisse (Mittelwert Tri – Mittelwert OME) der beiden Messreihen vergleichend dargestellt. Der Referenzwert (Null-Wert) stellt das Ergebnis dar, welches unter Anwendung von Tri als Lösemittel ermittelt wurde. Zusätzlich ist die Präzision des zugrunde liegenden Verfahrens in Tabelle 39 angegeben. Sind die Differenzen der Messreihen beider Verfahren kleiner, als die Präzision des Verfahrens, kann eine Ergebnisänderung nicht eindeutig dem Lösemittel OME zugeschrieben werden, da diese nicht so präzise ermittelt werden können. Da die hier eingesetzten Verfahren und die verwendeten Geräte teilweise sehr unterschiedlich sind, wird die Vergleichspräzision angewandt, die Verfahren miteinander zu vergleichen.

Als Ergebnis der Vergleichsuntersuchung wird für jede Prüfstelle ein Mittelwert aus den Einzelergebnissen gebildet. Die vorhandenen Ergebnisse der

Kenngröße	Art der Präzision	Standardabweichung [M.-%]	Präzision [M.-%]
Fülleranteil < 0,063	Wiederholpräzision Vergleichpräzision	$\sigma_r = 0,22$ $\sigma_R = 0,52$	$r = 0,6$ $R = 1,5$
Bindemittelgehalt Gruppe 1	Wiederholpräzision Vergleichpräzision	$\sigma_r = 0,08$ $\sigma_R = 0,14$	$r = 0,22$ $R = 0,36$
Bindemittelgehalt Gruppe 2	Wiederholpräzision Vergleichpräzision	$\sigma_r = 0,13$ $\sigma_R = 0,24$	$r = 0,39$ $R = 0,66$

Gruppe 1: Asphalttragdeckschichtmischgut, Asphaltbeton für Asphaltdeckschichten, Splittmastixasphalt, offener Asphalt
Gruppe 2: Asphalttragschichtmischgut, Asphaltbinder, Gussasphalt

Tab. 40: Verfahrenspräzision für Kenngrößen der Mischgutanalyse gemäß FGSV (2013)

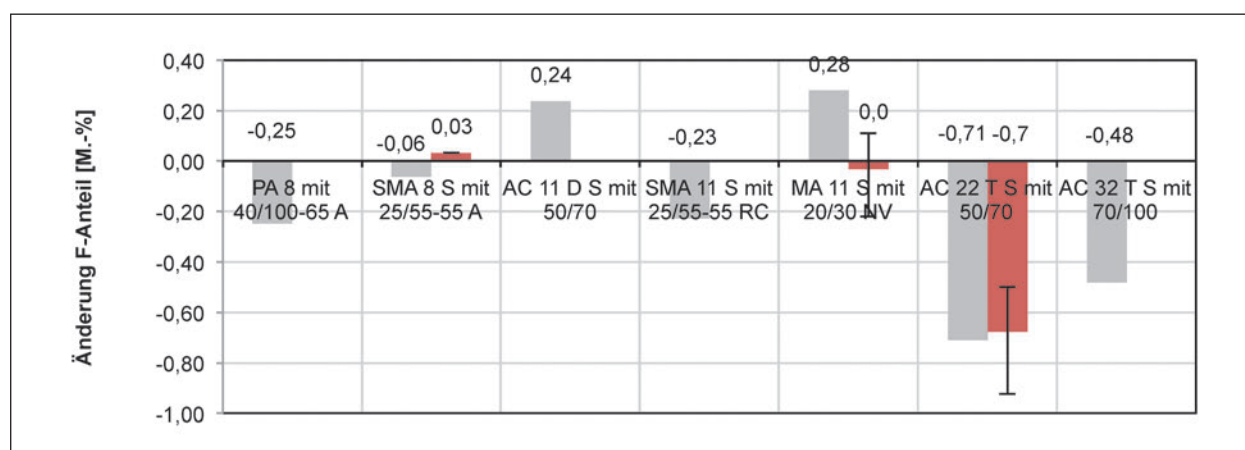


Bild 177: Änderung in den Ergebnissen des Füllergehalts infolge der Extraktion mittels OME anstelle von Tri (grau: ISBS, rot: Vergleichsuntersuchung mit Spannweite)

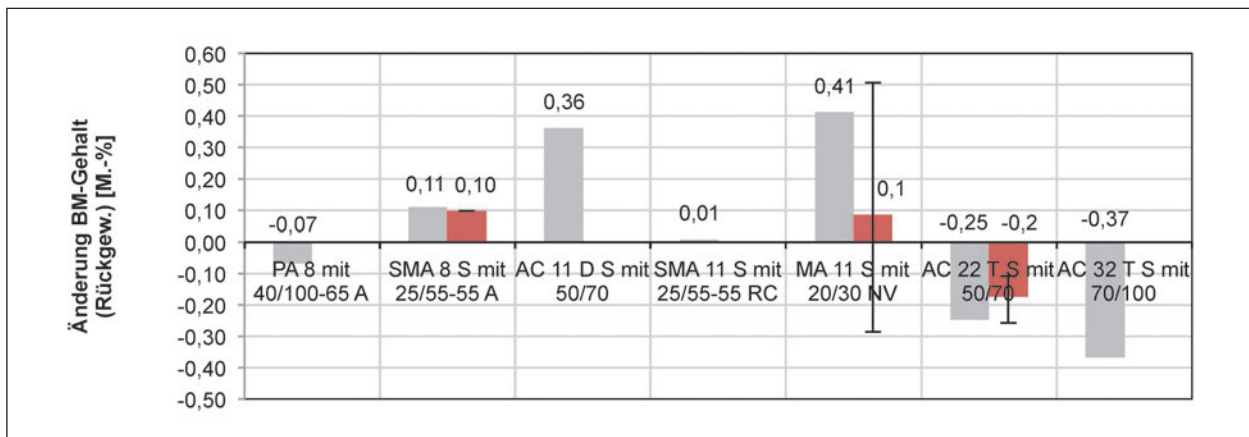


Bild 178: Änderung in den Ergebnissen des löslichem Bindemittelgehalts nach Rückgewinnungsverfahren infolge der Extraktion mittels OME anstelle von Tri (grau: ISBS, rot: Vergleichsuntersuchung mit Spannweite)

Vergleichsuntersuchungen sind in roter Farbe mit zugehöriger Spannweite der jeweiligen Mittelwerte dargestellt. Für die Variante SMA 8 wird keine Spannweite der Vergleichsuntersuchung angegeben, da bisher nur ein Ergebnis vorliegt.

Es zeigen sich mischgutabhängige Differenzen in den Ergebnissen der ermittelten Fülleranteile von +0,28 bis -0,71 M.-%. Bei zwei Mischgutvarianten (AC 11 D S, 50/70 und MA 11 S, 20/30 V) wurde ein Fülleranteil ermittelt, der oberhalb des Fülleranteils bei Verwendung von Tri als Lösemittel liegt, bei den anderen fünf Mischgutvarianten wurde ein geringerer Fülleranteil ermittelt. Die Differenzen im Fülleranteil bei 6 der 7 Mischgutvarianten liegen stark unterhalb der zulässigen Differenzen bei der Wiederholpräzision des Verfahrens unter Anwendung von Tri als Lösemittel. Die größte Abweichung von -0,71 M.-% zeigt sich bei der Variante AC 22 T S, welche jedoch deutlich unterhalb der zulässigen Spanne der Vergleichpräzision von 1,5 M.-% liegt. Die bestimmten Ergebnisse für den Fülleranteil unter Anwendung von OME als Lösemittel der Asphaltmischgutvarianten entsprechen daher den Ergebnissen unter Anwendung von Tri als Lösemittel.

Die Differenzen in den Ergebnissen des löslichen Bindemittelgehalts nach dem Rückgewinnungsverfahren sind ebenfalls mischgutabhängig und meist innerhalb der Grenzen der Wiederholpräzision. Einzig der MA 11 S überschreitet die Vergleichpräzision geringfügig, befindet sich allerdings deutlich innerhalb der Grenzen der Wiederholpräzision. Das Ergebnis der Vergleichsuntersuchung zeigt, dass der für den MA 11 S bestimmte Bindemittelgehalt im Mittel in etwa dem Referenzbindemittelgehalt ent-

spricht. Die Differenzen sind teilweise positiv und teilweise negativ.

Eine Trennung der Asphaltkomponenten und die Bestimmung der Zusammensetzung des Asphaltmischguts mit OME können mit der verwendeten Extraktionsanlage mit ähnlicher Präzision wie unter Anwendung von Tri als Lösemittel erfolgen. Dies setzt jedoch eine dauerhaft zuverlässige Funktionsweise der Extraktionsanlage voraus.

5.4 Einfluss von OME auf Eigenschaften rückgewonnener Bindemittel

Das mit OME zurückgewonnene Bitumen weist einen charakteristischen Geruch auf, der an verbranntem Kork erinnert. Bei der Wiedererwärmung der Teilproben tritt dieser Geruch so stark auf, dass unmittelbar auf die Rückgewinnung mit OME geschlossen werden kann.

In Folge werden die Ergebnisse aus konventionellen Bitumenprüfungen (Erweichungspunkt Ring und Kugel sowie Nadelpenetration), aus rheologischen Bitumenprüfungen zur Ansprache des Tieftemperaturverhaltens mittels BBR (Biegekrei- cheifigkeit und m-Wert bei -16 °C) sowie die Ergebnisse aus rheologischen Bitumenprüfungen im Bereich der oberen Gebrauchstemperatur mittels DSR (komplexer Schermodul und Phasenwinkel bei 60 °C) dargestellt. Neben den Ergebnissen der Prüfungen, an dem am ISBS extrahierten Bitumen werden die Ergebnisse der Vergleichsuntersuchungen als Mittelwert mit Spannweite angegeben.

Als Ergebnis der Vergleichsuntersuchung wird für jede Prüfstelle ein Ergebnis aus maximal drei Ein-

Kenngröße	Art der Präzision	Präzision
EP RuK, nicht modifizierte Bitumen, Wasser	Wiederholpräzision Vergleichpräzision	$r = 1,0 \text{ } ^\circ\text{C}$ $R = 2,0 \text{ } ^\circ\text{C}$
EP RuK, Polymermodifizierte Bitumen, Wasser	Wiederholpräzision Vergleichpräzision	$r = 1,5 \text{ } ^\circ\text{C}$ $R = 3,5 \text{ } ^\circ\text{C}$
EP RuK, Glycerol	Wiederholpräzision Vergleichpräzision	$r = 1,5 \text{ } ^\circ\text{C}$ $R = 5,5 \text{ } ^\circ\text{C}$
Pen < 50 mm/10	Wiederholpräzision Vergleichpräzision	$r = 2 \text{ mm/10}$ $R = 3 \text{ mm/10}$
Pen $\geq 50 \text{ mm/10}$	Wiederholpräzision Vergleichpräzision	$r = 4 \text{ \% des Mittelwertes}$ $R = 6 \text{ \% des Mittelwertes}$
komplexer Schermodul	Vergleichpräzision	$R < 10 \text{ \% des Mittelwertes}^*$
Phasenwinkel	Vergleichpräzision	$R < 5 \text{ \% des Mittelwertes}^*$
Kriechsteifigkeit	Wiederholpräzision Vergleichpräzision	$r = 9 \text{ \% des Mittelwertes}$ $R = 27 \text{ \% des Mittelwertes}$
m-Wert	Wiederholpräzision Vergleichpräzision	$r = 4 \text{ \% des Mittelwertes}$ $R = 13 \text{ \% des Mittelwertes}$
Verformungsenergie $W_{0,2-0,4 \text{ m}} < 1 \text{ J/cm}^2$	Wiederholpräzision Vergleichpräzision	$r = 0,11 \text{ J/cm}^2$ $R = 0,39 \text{ J/cm}^2$

* nicht genau bestimmt

Tab. 41: Verfahrenspräzision für Kenngrößen der Bitumenprüfverfahren

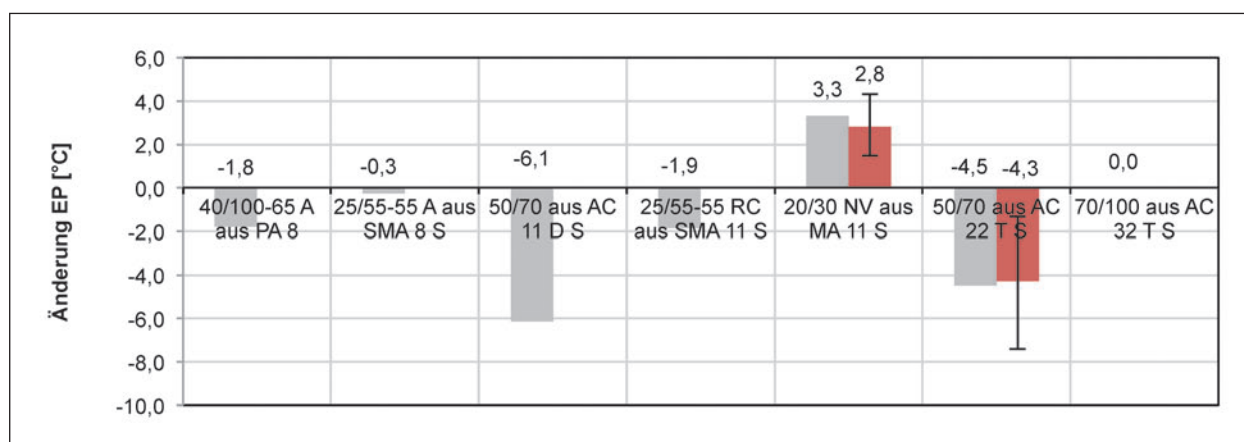


Bild 179: Änderung in den Ergebnissen des Erweichungspunktes infolge der Extraktion mittels OME anstelle von Tri (Gau: ISBS; Rot: Vergleichsuntersuchung mit Spannweite)

zelergebnissen gebildet. Die vorhandenen Ergebnisse der Vergleichsuntersuchungen sind in roter Farbe mit zugehöriger Spannweite der jeweiligen Mittelwerte dargestellt. Für die Variante SMA 8 wird keine Spannweite der Vergleichsuntersuchung angegeben, da bisher nur ein Ergebnis vorliegt.

Für die nicht modifizierten und für die polymermodifizierten Bitumen zeigen sich geringere Werte für den Erweichungspunkt RuK nach Rückgewinnung mit OME als Lösemittel, für das viskositätsveränderte Bindemittel 20/30 V höhere. Ausnahme bildet das 70/100 aus dem AC 32 T S, bei dem es im

Erweichungspunkt keine Abweichungen zu dem Ergebnis nach Extraktion mit Tri als Lösemittel gibt. Die größten Abweichungen zeigen sich bei dem Straßenbaubitumen 50/70, sowohl nach Extraktion aus AC 11 D S als auch nach Extraktion aus AC 22 T S. Für die Varianten mit dem 50/70 liegen die Differenzen außerhalb der für das Verfahren angegebenen Vergleichpräzision. Alle anderen Bindemittelvarianten weisen Differenzen im Erweichungspunkt innerhalb der für das Verfahren zulässigen Präzision unter Vergleichsbedingungen auf. Überwiegend weisen die Ergebnisse des Erweichungspunktes Ring und Kugel nach Extraktion mit OME geringere

gere Werte auf als nach Extraktion mit Tri als Lösemittel. Meist sind die Differenzen innerhalb der Grenzen der Vergleichspräzision, teilweise sogar innerhalb der Wiederholpräzision. Auffällig ist die große Spannweite der Ergebnisse der Vergleichsuntersuchungen.

Nach Extraktion der Bindemittel mit Tri als Lösemittel weist das polymermodifizierte Bitumen 40/100-65 A aus dem PA 8 die größte Nadeleindringtiefe auf (50,3 mm). Daraus ergeben sich gerundet dieselben Werte für die Präzision der Bindemittel mit einem Penetrationswert < 50 mm ($r = 2$, $R = 3$). Für alle Bindemittel zeigen sich nach Extraktion mit OME als Lösemittel größere Werte der Nadelpenetration. Das mit OME zurückgewonnene Bitumen ist folglich weicher als das mit Tri zurückgewonnene. In drei Fällen (25/55-55 RC aus SMA 11 S, 20/30 V aus MA 11 S und 70/100 aus AC 32 T S) sind die sich ergebenden Differenzen innerhalb der Grenzen für die Vergleichspräzision des Verfahrens, in

vier Fällen wird die Grenze der Verfahrenspräzision zum Teil deutlich überschritten. Mit 17,7 mm/10 weist das 50/70 aus AC 11 D S die größten Abweichungen auf.

Die Präzision der Bestimmung des komplexen Schermoduls ist bisher nicht ermittelt, die DIN EN 14770 gibt für die Vergleichspräzision Nährungswerte von $\leq 10\%$ an. Innerhalb dieser Präzision liegen die Ergebnisse der Bindemittel 25/55-55 A aus SMA 8 S und 70/100 aus AC 32 T S. Die Ergebnisse aller weiteren mit OME extrahierten Bitumen überschreiten diese Präzision zum Teil deutlich. Die Differenzen sind daher nicht den Prüfverfahren sondern dem Extraktionsverfahren zuzumessen.

Die Präzision der Bestimmung des Phasenwinkels ist bisher nicht ermittelt, die DIN EN 14770 gibt für die Vergleichspräzision Nährungswerte von $\leq 5\%$ an. Die Differenzen in den Ergebnissen des Phasenwinkels nach Extraktion mit den verschiedenen

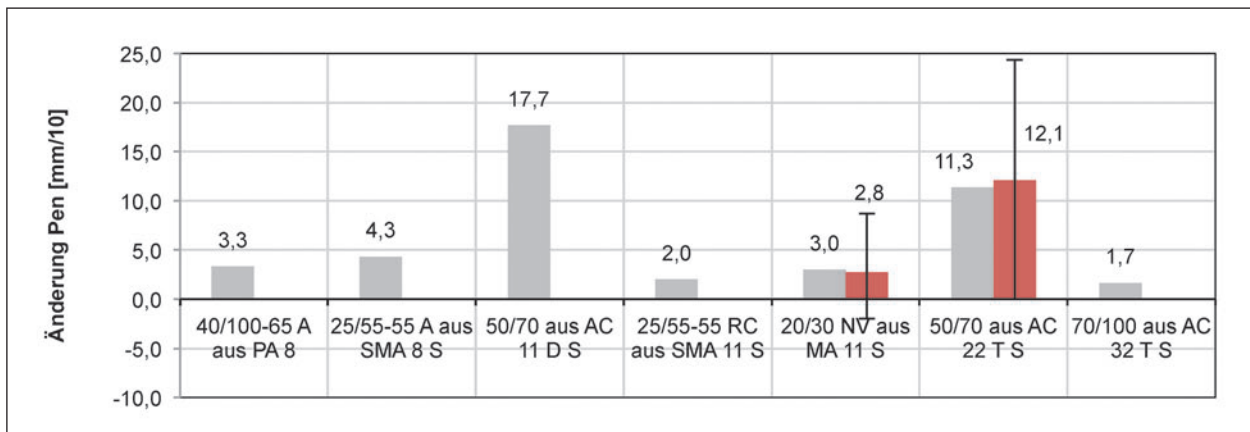


Bild 180: Änderung in den Ergebnissen der Nadelpenetration infolge der Extraktion mittels OME anstelle von Tri (Grau: ISBS; Rot: Vergleichsuntersuchung mit Spannweite)

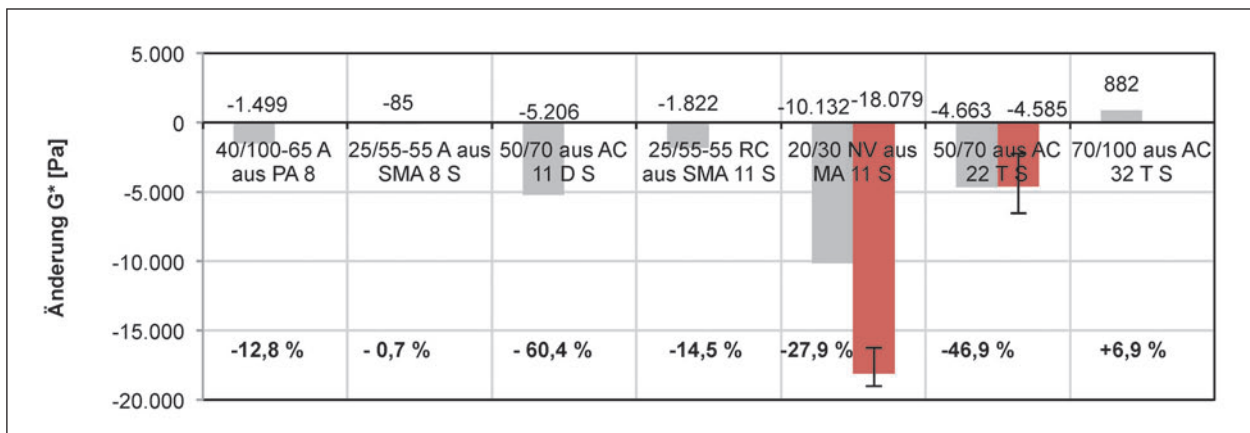


Bild 181: Änderung in den Ergebnissen des komplexen Schermoduls bei 60 °C und 1,59 Hz infolge der Extraktion mittels OME anstelle von Tri (Grau: ISBS; Rot: Vergleichsuntersuchung mit Spannweite)

Lösemitteln liegen weitestgehend deutlich unterhalb der Vergleichspräzision des Verfahrens. Die Grenze wird lediglich bei einer Variante (50/70 aus AC 11 D S) um 1,8 % überschritten. Sofern das Lösemittel OME einen starken Einfluss auf die Polymere der polymermodifizierten Bitumen hätte, sollten sich im Phasenwinkel signifikante Unter-

schiede zeigen. Dies lässt sich an der durchgeführten Versuchsreihe nicht erkennen.

Die Ergebnisse der Biegekiechsteifigkeit zeigen einheitlich für alle mit OME zurückgewonnenen Bindemittel eine Abnahme der Biegekiechsteifigkeit bei -16 °C. Die angegebene Präzision unter Ver-

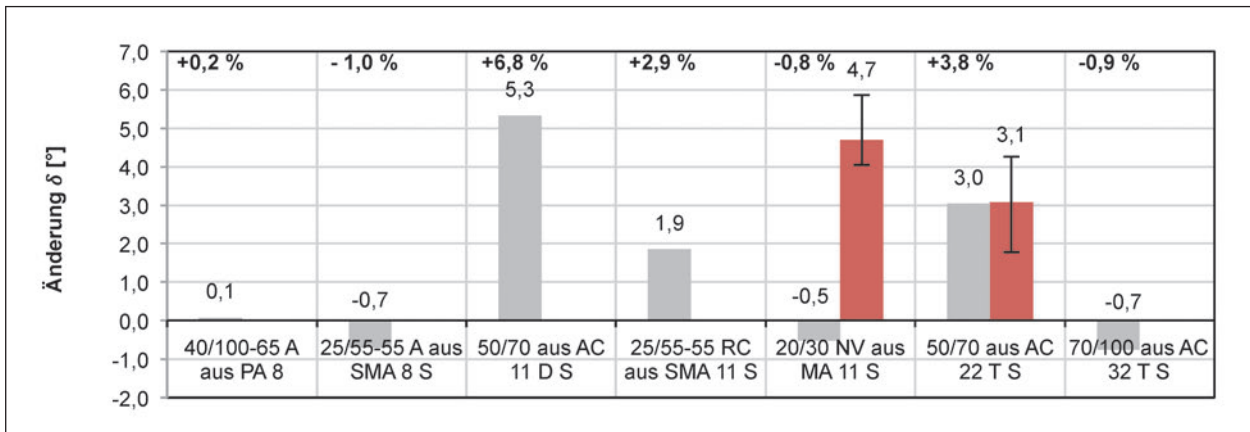


Bild 182: Änderung in den Ergebnissen des Phasenwinkels bei 60 °C und 1,59 Hz infolge der Extraktion mittels OME anstelle von Tri (Grau: ISBS; Rot: Vergleichsuntersuchung mit Spannweite)

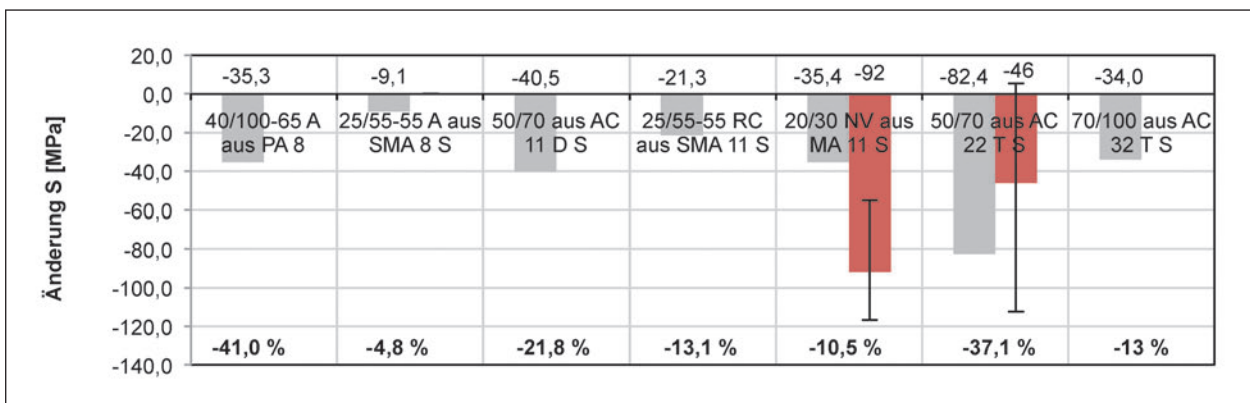


Bild 183: Änderung in den Ergebnissen der Biegekiechsteifigkeit bei -16 °C infolge der Extraktion mittels OME anstelle von Tri (Grau: ISBS; Rot: Vergleichsuntersuchung mit Spannweite)

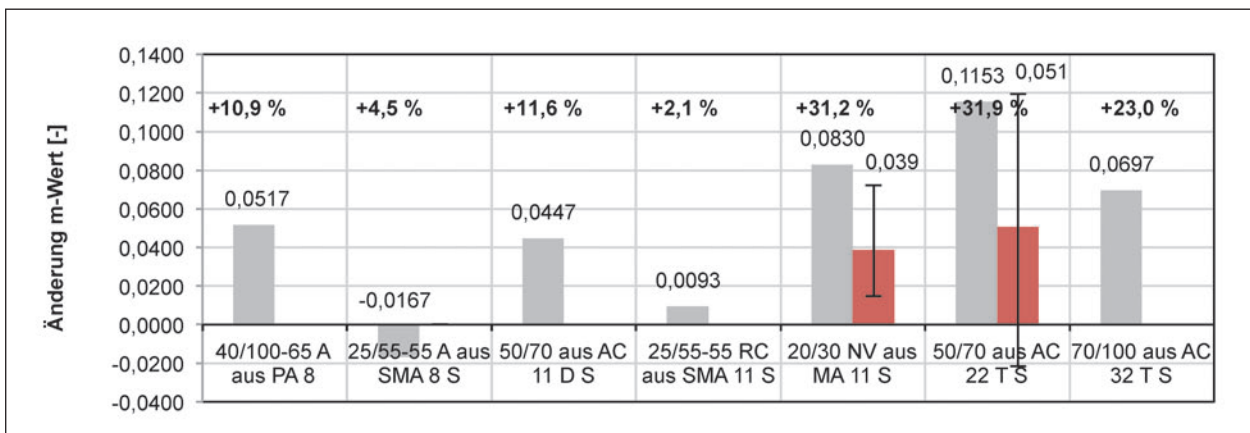


Bild 184: Änderung in den Ergebnissen des m-Wertes bei -16 °C infolge der Extraktion mittels OME anstelle von Tri (Grau: ISBS; Rot: Vergleichsuntersuchung mit Spannweite)

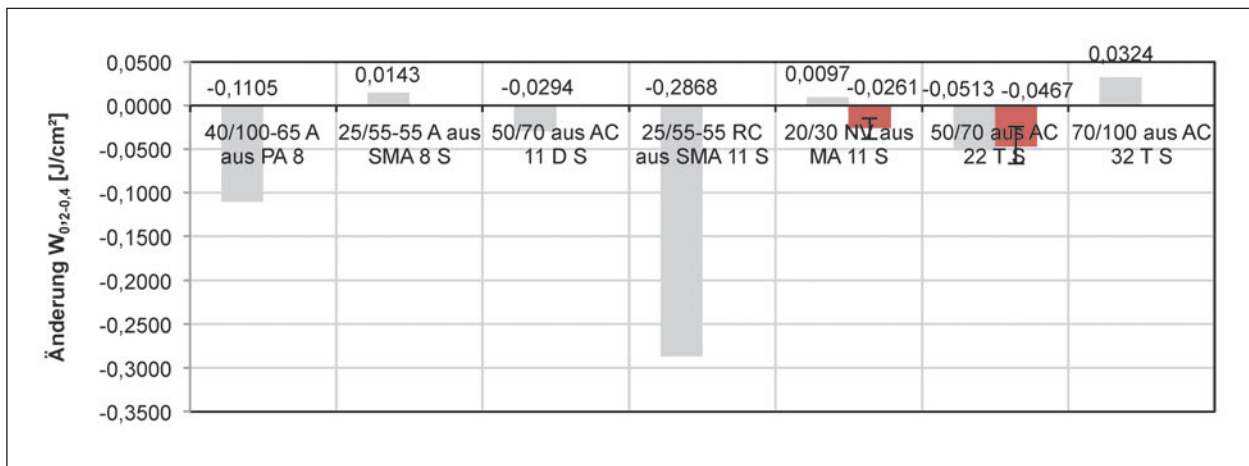


Bild 185: Änderung in den Ergebnissen der Verformungsenergie (0,2 bis 0,4 m Ausziehlänge) in der Kraftduktilitätsprüfung bei 25 °C infolge der Extraktion mittels OME anstelle von Tri (Grau: ISBS; Rot: Vergleichsuntersuchung mit Spannweite)

gleichsbedingungen ist mit 27 % sehr weit gefasst, wird aber dennoch von zwei Bindemittelvarianten überschritten.

Der m-Wert nimmt korrespondierend zur abnehmenden Steifigkeit in den meisten Fällen zu.

Die Differenzen der Verformungsenergie für eine Ausziehlänge von 0,2 bis 0,4 m in der Kraftduktilitätsprüfung sind teilweise positiv und teilweise negativ und meist innerhalb der Wiederholpräzision des Prüfverfahrenes. Die größten Differenzen zeigt die Variante 25/55-55 aus SMA 11 S mit $-0,2868 \text{ J/m}^2$.

Zusammenfassend kann festgehalten werden, dass die physikalischen Eigenschaften von mit OME zurückgewonnenen Bitumen teilweise mit den Eigenschaften von mit Tri zurückgewonnenen Bitumen ident, teilweise sehr unterschiedlich sind. Im Bereich hoher Temperaturen zeigen sich die Unterschiede weniger stark ausgeprägt als im Tieftemperaturbereich. Der überwiegende Teil der durchgeführten Untersuchungen weist darauf hin, dass das mit OME zurückgewonnene Bitumen weicher als das mit Tri zurückgewonnene Bitumen ist. Der Erweichungspunkt Ring und Kugel, der komplexe Schermodul bei 60 °C sowie die Biegebiegesteifigkeit bei -16 °C nehmen ab, die Nadelpenetrationswerte und der m-Wert bei -16 °C nehmen zu. Die nachgewiesenen Lösemittelreste im rückgewonnenen Bitumen sind eine plausible Erklärung dafür. Über den gesamten Bereich der Prüftemperaturen liegen die im Bitumen verbleibenden Lösemittelreste in flüssiger Form vor und wirken wie Schmierstoff in der Bitumenstruktur. Mit zunehmendem OME-Anteil im Bitumen ist mit einer Abnahme der

Steifigkeit des Bitumens zu rechnen. Die Lösemittelrückstände im Bitumen sind vermutlich insbesondere von der verwendeten Apparatur zur Lösemittelrückgewinnung abhängig. Bei den Vergleichsuntersuchungen kamen Rotationsverdampfer verschiedener Hersteller und Ausführungen zum Einsatz. Resultierende Ergebnisse der Vergleichsuntersuchungen differieren nur minimal von den Ergebnissen der mit Tri zurückgewonnenen Bindemittel. Es wird daher vermutet, dass die hier getroffenen Vorgaben für den Vorgang der Destillation weiter präzisiert werden sollten um die Vergleichbarkeit der Eigenschaften der mit OME zurückgewonnenen Bindemittel zu gewährleisten.

5.5 Wirtschaftliche Auswirkungen

Die Verwendung von OME als Substitut für Trichlorethylen zur Extraktion von Bitumen aus Asphaltmischgut erfordert eine teilweise Umrüstung im Asphaltlabor. Extraktionsanlagen, die mit Tri arbeiten und nicht mit einer Vakuumtechnik ausgerüstet sind, müssen durch eine technisch aufwendigere und dadurch teurere Extraktionsanlage ersetzt werden. Für eine geeignete Extraktionsanlage ist im Vergleich zu einer herkömmlichen Extraktionsanlage mit Mehrkosten von ca. 100 % zu rechnen.

Die in diesem Forschungsprojekt verwendeten Extraktionsanlagen befinden sich noch in der Entwicklungsphase und sind sehr wartungsintensiv. In unregelmäßigen Abständen (ca. 3 bis 20) Wochen sind diese im Kontakt mit OME quellen und an Dichtigkeit verlieren. Für den Betrieb einer derartigen Ex-

traktionsanlage ist mit deutlich höheren Betriebskosten und eventuellen Ausfallzeiten zu rechnen.

Geruchsemissionen von OME können minimiert werden, indem die Extraktionsanlage in einer Einhausung untergebracht wird. Mindestens sollten die von der Vakuumpumpe ausgetragenen Lösemitteldämpfe in einen Abzug geleitet werden.

Das im Vergleich zu Tri deutlich geringere Bitumen-Lösevermögen sowie der hohe Siedepunkt von OME führen zu einem höheren Zeitbedarf für die Extraktion. Mit den in diesem Forschungsprojekt optimierten Extraktionsparametern ist in etwa von einer Verdoppelung der Extraktionszeiten auszugehen. Es ist somit davon auszugehen, dass der Durchsatz an Extraktionen bei Anwendung von OME als Lösemittel bei gleicher Anzahl an Extraktionsanlagen deutlich verringert wird.

Viele Kunststoffe sind nicht gegen OME beständig, was ggf. den Austausch von Geräten oder Werkzeugen (z. B. Spritzflaschen) erfordert. Die Lösemittelbeständigkeit verschiedener Kunststoffe gegenüber OME ist derzeit nicht systematisch überprüft.

Der derzeitige Preis für OME liegt mit ca. 19,20 Euro/l deutlich über jenem von Tri. Die großtechnische Herstellung von OME lässt jedoch geringere Produktionskosten und dadurch niedrigere Verkaufspreise erwarten.

Die durchgeführten Untersuchungen signalisieren, dass OME nach Rückgewinnung aus Bitumen häufig wiederverwendet werden kann ohne sich chemisch zu verändern. Der Turnus des Lösemittelaustausches in der Extraktionsanlage könnte dadurch deutlich verlängert werden und langfristig zu einem deutlich geringeren Lösemittelbedarf als bei Tri führen. Dies wird auch durch den hohen Siedepunkt des Lösemittels begünstigt, weshalb keine wesentlichen Lösemittelverluste bei der Extraktion mit OME auftreten.

Über die zukünftige Verfügbarkeit von Lösemittel OME und geeigneter Extraktionsanlagen kann derzeit keine gesicherte Aussage getroffen werden. Eine Produktion in großen Mengen bzw. Stückzahlen hat bisher nicht stattgefunden.

6 Zusammenfassung und Ausblick

Die Substitutionspflicht und das bevorstehende Verwendungsverbot von Trichlorethylen (Tri) für die Extraktion von Bitumen aus Asphaltmischgut erfordert die Suche nach einem geeigneten Lösemittel zur präzisen Mischgutanalyse und zur Bestimmung physikalischer Bindemittleigenschaften. Dieses Forschungsprojekt liefert einen wesentlichen Beitrag zur Beurteilung einer möglichen Substitution von Tri durch Octansäuremethylester (OME). Dabei werden Aspekte des Gesundheits- und Arbeitsschutzes, technische und wirtschaftliche Rahmenbedingungen sowie Einflüsse auf Ergebnisse der Mischgutanalyse und physikalischer Eigenschaften rückgewonnener Bindemittel beleuchtet.

OME ist ein nach derzeitigem Kenntnisstand weitestgehend ungefährlicher bitumenlösender Pflanzenölester mit einem Siedepunkt von ca. 193 °C, einem Erstarrungspunkt von ca. -40 °C und einem charakteristischen Geruch nach Kokos (daher auch Kokosester genannt). Ab einer Temperatur von ca. 245 °C sind die Lösemitteldämpfe bei Sauerstoffkontakt spontan entflammbar. Temperaturen über 200 °C müssen daher bei der Verwendung im Labor unbedingt vermieden werden, weshalb die Heißextraktion aus Arbeitsschutzgründen mit OME als Lösemittel nicht durchgeführt werden sollte. Die Extraktion in einer geschlossenen Anlage bei abgesenktem Druck ermöglicht die Reduzierung der Siedetemperatur und somit die automatisierte Durchführung einer Bindemittelextraktion unter Anwendung von OME.

In diesem Forschungsprojekt wurden Untersuchungen an insgesamt 7 Asphaltmischgutvarianten mit unterschiedlichen Bindemitteln durchgeführt. Die Anzahl der Asphaltmischgutvarianten ist zu gering, um statistisch abgesicherte Aussagen ableiten zu können, sind jedoch eine erste wesentliche Grundlage, um Einschätzungen vornehmen zu können.

In den Ergebnissen der Mischgutanalyse zeigen sich unter Anwendung von OME im Vergleich zu Ergebnissen unter Anwendung von Tri als Lösemittel keine signifikanten Unterschiede. Sowohl der bestimmte Bindemittelgehalt als auch der bestimmte Fülleranteil sind unter Anwendung der beiden Lösemittel weitestgehend als gleich zu bewerten.

In dem an die Extraktion anschließenden Prozess der Bindemittelrückgewinnung wird das Lösemittel

im Rotationsverdampfer von der Bitumenphase getrennt. Dieser Vorgang der Destillation wurde für üblicherweise im Asphaltlabor vorhandene Rotationsverdampfer weitestgehend optimiert. Es war jedoch nicht möglich, das gesamte Lösemittel von der Bitumenphase zu trennen, weshalb Lösemittelreste im Bitumen verblieben. Diese führen zu Veränderungen der physikalischen Eigenschaften der rückgewonnenen Bindemittel. Mehrheitlich zeigt sich das mit OME zurückgewonnene Bindemittel in allen angesprochenen Temperaturbereichen weicher als nach Rückgewinnung mit Tri. Die Ergebnisse der Vergleichsuntersuchungen deuten an, dass die Menge der im Bitumen verbleibenden Lösemittelreste vom verwendeten Destillationsgerät abhängt und dadurch die Vergleichbarkeit von Ergebnissen aus Bitumenprüfungen an mit OME zurückgewonnenen Bindemitteln zu gering ist.

Vorschläge für weiterführende Untersuchungen

Der Destillationsprozess stellt aufgrund der hohen Siedetemperatur des Lösemittels OME (193 °C statt 87 °C bei Tri) eine Herausforderung dar, die möglicherweise technische Anpassungen der Destillationsapparatur erfordern. Die technischen Einflüsse auf den Verbleib von Lösemittelresten im Bitumen sollten systematisch überprüft und gegebenenfalls in einer Prüfvorschrift verankert werden. Nur so kann die Vergleichbarkeit der Bestimmung von physikalischen Bitumeneigenschaften sichergestellt werden.

Die Entwicklungsphase der Extraktionsanlage sollte zeitnah abgeschlossen werden, damit die Gerätetechnik zuverlässig ist. Schließlich sollten beim endgültigen Verwendungsverbot von Tri Geräte in ausreichender Anzahl bereitgestellt werden können.

Im Anschluss an die Optimierung der Extraktionsanlage und der Destillation sollten die Präzision der Verfahren zur Mischgutanalyse sowie der Verfahren zur Bestimmung von physikalischen Kenngrößen am rückgewonnenen Bindemittel unter Anwendung von OME als Lösemittel neu bestimmt werden. Erst dann lassen sich zuverlässig Kennwerte für vertragliche Belange festlegen. Es wird empfohlen, einen Ringversuch mit mindestens 13 teilnehmenden Prüfstellen zu initiieren, sobald ausreichend Geräte im Umlauf sind.

Das Lösemittel OME gilt für den Anwendungsbereich der automatisierten Extraktion als unbedenklich, ist aber bisher nicht weiter erprobt. In jedem

Fall sollte eine arbeitsmedizinische Begleitung in der Routineanwendung erfolgen um Arbeitsplatzkonzentrationen und eventuelle Langzeitfolgen frühzeitig zu erkennen.

In diesem Forschungsprojekt wurde festgestellt, dass OME nach Rückgewinnung oftmals wiederverwendet werden kann, ohne sich dabei unzulässig chemisch zu verändern. Die Grenze der wiederholten Anwendbarkeit von OME sollte bestimmt werden und Parameter angegeben werden, die dem Anwender eine Kontrolle der Lösemittelqualität ermöglichen.

7 Literatur

- BADER, H. J.; MELLE, I.; NICK, S. (05.07.2015): Nachwachsende Rohstoffe. http://www.fnr.de/fileadmin/fnr/images/literatur/S_Heft_I.pdf
- BENEDIX, R. (2008): *Bauchemie*. 4. Auflage, Vieweg+Teubner Verlag, Wiesbaden
- COLLINS-GARCIA, H.; TIA, M.; ROQUE, R.; CHOUBANE, B. 2000. An Evaluation of an alternative Solvent for Extraction of Asphalt to reduce Health and Environmental Hazards. Annual Transportation Research Board Meeting, January 2000, Florida, USA
- Deutsche Forschungsgemeinschaft (DFG) (1996): Senatskommission zur Prüfung gesundheitsschädlicher Arbeitsstoffe, MAK- und BAT-Werte-Liste, Mitteilung 32, Weinheim
- DURKEE, J. (2013): *Cleaning with Solvents*. <http://www.sciencedirect.com/science/book/9781455731312>. Elsevier Science, Burlington, Kanada
- EISNER, W.; GIETZ, P.; GLASER, M.; JUSTUS, A.; LAITENBERGER, K.; LIEBENOW, K.-J.; SCHIERLE, W.; STEIN-BASTUCK, R.; STERNBERG, M. (2010): *Elemente Chemie II*, 1. Auflage, Ernst Klett Verlag, Stuttgart
- FGSV (2013): TP Asphalt Teil 0, Statistische Grundlagen zur Auswertung der Untersuchungen, Schiedsuntersuchungen, Allgemeine Angaben zum Prüfbericht
- FRIEDBACHER, E.-C.; SCHINDLBAUER, H. (1993): Bitumenanalyse mittels TLC/FID im Vergleich zur Säulenchromatographie. „Bitumen“,

- Heft 4, Arbeitsgemeinschaft der Bitumen-Industrie e. V., Hamburg
- FRITSCHKE, H. (2004): Vergleich von RFT-gealtertem Bitumen mit zurückgewonnenem Bitumen nach der Extraktion aus Asphalt. „Bitumen“, 66. Jahrgang, Heft 4, Arbeitsgemeinschaft der Bitumen-Industrie e. V., Urban Verlag, Hamburg
- GEHRKE, M.; NYTUS, N.; RADENBERG, M. (2014): Chemische und physikalische Eigenschaften der in Deutschland verwendeten Straßenbaubitumen. Straße und Autobahn, Heft-Nr. 11, S. 851-860, Kirschbaum Verlag, Hamburg
- GLET, W.; WÖRNER, T. (1997): Aktueller Stand der arbeitshygienischen Bewertung von Lösemitteln für die Asphaltanalyse. Straße und Autobahn, Heft-Nr. 48, S. 139-140 u. 145-147, Kirschbaum Verlag, Hamburg
- GRAF, K.; RENKEN, P. (1994): Möglichkeiten der Einsparung und Vermeidung von Lösemitteln im Asphaltlabor. Straße und Autobahn, Heft-Nr. 45, S. 523-529, Kirschbaum Verlag, Hamburg
- HAGNER, T. (2003): Untersuchung und Bewertung von bitumenhaltigen Bindemitteln für Asphalt mittels Dynamischem Scher-Rheometer. Schriftenreihe, Heft 19, S. 36-41, Technische Universität Braunschweig, Institut für Straßenwesen, Braunschweig
- HENSCHLER, D.; VAMVAKS, S.; LAMMERT, M.; DEKANT, W.; KRAUS, B.; THOMAS, B.; ULM, K. (1995): Increased incidence of renal cell tumors in a cohort of cardboard workers exposed to trichlorethene. Arch. Toxicol 69, 291-299
- HINRICHS, B. (2013): Tri – Raus aus dem Asphaltlabor. BauPortal, Heft 9, S. 24, Erich SCHMIDT Verlag, Berlin
- HIRSCH, V.; MAYERL-RAMPP, L. (2014): Ansprache von Bindemitteln mit chemischen Untersuchungsverfahren. Straße und Autobahn, Heft-Nr. 1, S. 23-29, Kirschbaum Verlag, Hamburg
- HUNTER, R. N. (2000): Asphalts in road construction. Thomas Telford Publishing, London
- HUTSCHENREUTHER, J.; WÖRNER, T. (1998): Asphalt im Straßenbau. Verlag für Bauwesen, Berlin
- Institut für Arbeitsschutz der Deutschen Gesetzlichen Unfallversicherung (2014): Gefahrstoffinformationssystem (GESTIS) des IFA, Sicherheitsdatenblatt Methyloctanoat
- KAMMERER, D. R.; SCHIEBER, A. (2012): Sonnenblumenöl. <https://roempp.thieme.de/roempp/4.0/do/data/RD-19-02998>
- KRÜGER, K.; WEINGART, W. (2012): Entwicklung eines Verfahrens zur Bindemittelrückgewinnung nach Asphaltextraktion mit alternativen Lösemitteln aus nachwachsenden Rohstoffen. Schlussbericht, Forschungsprojekt i. A. des Deutschen Asphaltinstituts e. V., Hochschule Anhalt, FB 3 und GMBU e. V., Dessau-Roßlau/Halle
- LINDNER, E. (1987): Chemie für Ingenieure. Lindner Verlag, Karlsruhe
- LÖCHERER, L.; WÖRNER, T. (2000): Reduzierung des Lösemittelverbrauchs bei der Prüfung von Asphalt im Laboratorium. Forschungsbericht der Schriftenreihe „Forschung Straßenbau und Straßenverkehrstechnik“, Heft 791, i. A. des Bundesministeriums für Verkehr, Bau- und Wohnungswesen, Technische Universität München, Prüfamt für Bituminöse Baustoffe und Kunststoffe, Bonn
- McGRAW, J.; IVERSON, D.; OLSON, J.; SCHMIDT, G. (2001): Selection of an Alternative Asphalt Extraction Solvent. Department of Transportation, Research Services Section, Minnesota
- MORTIMER, C. E. (1987): Chemie. Georg Thieme Verlag, New York
- NEUMANN, H. J.; RAHIMIAN, I. (1973): Über die Kolloidchemie des Bitumens. „Bitumen“, 35. Jahrgang, Heft 1, Arbeitsgemeinschaft der Bitumen-Industrie e. V., Hamburg
- NEUMANN, H. J.; RAHIMIAN, I.; PACZYNSKA-LAHME, B. (1992): Zur Strukturalterung von Bitumen. „Bitumen“, Heft 2, Arbeitsgemeinschaft der Bitumen-Industrie e. V., Hamburg
- NEUMANN, H. J. (1995): Was ist Bitumen? „Bitumen“, Heft 4, Arbeitsgemeinschaft der Bitumen-Industrie e. V., Hamburg
- NÖSLER, I.; SOENEN, H.; TANGHE, T. (2015): Evaluation of binder recovery methods and the influence on the properties of polymer modified bitumen. 15.05.2015 <http://www.nynas.com/>

- Global/Bitumen%20for%20paving%20applications/UK/25349.pdf
- PACZYNSKA-LAHME, B. (1979): Zur Kolloidchemie der Erdöl-Harze. Dissertation, Technische Universität Clausthal, Fakultät für Bergbau, Hüttenwesen und Maschinenwesen, Clausthal
- PARTL, M. N. (2011): Asphalt und Bitumen. Ausgabe Frühjahr 2011. ETH Zürich, Zürich
- PITTS, M. (1994): Alternatives Lösemittel und Verfahren für die Extraktion von Bitumen aus Asphalt. „Bitumen“, Heft 3, Arbeitsgemeinschaft der Bitumen-Industrie e. V., Hamburg
- RAHIMIAN, I.; ZENKE, G. (1986): Zum Verhalten organischer Lösemittel gegenüber Bitumen. „Bitumen“, Heft 1, Arbeitsgemeinschaft der Bitumen-Industrie e. V., Hamburg
- REDELIUS, P. (2004): Bitumen Solubility Model Using HANSEN Solubility Parameter. Energy & Fuels, Heft-Nr. 18, S. 1087-1092, American Chemical Society, USA
- REICHARDT, C. (1969): Lösungsmittel-Effekte in der organischen Chemie. Verlag Chemie, Marburg
- ROTH GmbH (2011): Sicherheitsdatenblatt gemäß Verordnung (EG) Nr. 1907/2006, Caprylsäure-Methylester Rotichrom® GC
- SACHS, L. (1984): Angewandte Statistik. Springer-Verlag Berlin-Heidelberg-New York, 6. Auflage
- SAMADIJAVAN, A.; LOIDL, D. (1996): Methoden zur Charakterisierung von polymermodifizierten Bitumen. „Bitumen“, Heft 1, Arbeitsgemeinschaft der Bitumen-Industrie e. V., Hamburg
- SCHLAME, K.; VIENENKÖTTER, L. (2000): Die neue DIN EN 12591, Anforderungen an Straßenbaubitumen. „Bitumen“, 62. Jahrgang, Heft 3, Arbeitsgemeinschaft der Bitumen-Industrie e. V., Hamburg
- SCHMIDT, H. (1956): Erfahrungen mit der „Schweizer Extraktionszentrifuge“ zur Wiedergewinnung des Bindemittels aus Asphaltmassen. „Bitumen“, Heft 4, Arbeitsgemeinschaft der Bitumen-Industrie e. V., Hamburg
- SCHMIDT, H. (1967): Die neue DIN 1996 – Bitumen und Teer enthaltende Massen für Straßenbau und ähnliche Zwecke. „Bitumen“, 29. Jahrgang, Heft 1, Arbeitsgemeinschaft der Bitumen-Industrie e. V., Hamburg
- SCHULTZ, R. L. (1988): Asphalt Extraction Study. Task Report. Research Project RE8232. Washington State Department of transportation, November 1988, Tumwater, USA
- STAUDINGER, H. (1950): Organische Kolloidchemie. 3. Auflage, Friedr. Vieweg & Sohn, Braunschweig
- STAUTZ, A.; DOBERNOWSKY, M.; GERTEL-KLOOS, H.; LIßNER, L.; MEYER, B.; WAGNER, A. (2001): Pflanzenölester – Innovative Produkte in der Metallreinigung. Handbuch, Life Projekt „Metallreinigung mit Fettsäureestern zur Reduzierung von VOC-Emissionen“, Hamburg
- STÖFFLER, B. (2014): Substitution von Gefahrstoffen. Verlag ecomed Sicherheit, Heidelberg
- TÄUBE, A. (2013): Welche Lösemittel verwenden wir zukünftig bei der Asphaltextraktion? „Straße und Autobahn“, Heft 11, Kirschbaum Verlag, Köln
- THIMM, L. (2009): FT-IR und FT-NIR spektroskopische Untersuchungen in Kombination mit chemometrischen Auswertalgorithmen zur Charakterisierung der chemischen Zusammensetzung von Straßenbaubitumen. Dissertation, Universität Duisburg-Essen, Institut für Physikalische Chemie, Essen.
- WEINGART, W.; KRÜGER, K. (2012): Bindemittelrückgewinnung nach Asphaltextraktion mit alternativen Lösemitteln aus nachwachsenden Rohstoffen. IGF-Vorhaben Nr. 16287 BR, Dessau, Rosslau.
- WEINGART, W. (15.05.2015): Substitution von Trichlorethen durch Verwendung von Lösemitteln aus nachwachsenden Rohstoffen. <http://www.Hutschenreuther.de/PDF/ProfWeingart-VortragWeimar27032014.pdf>
- WISTUBA, M. (2014): Straßenwesen. Ausgabe SS 2014. Technische Universität Braunschweig, Institut für Straßenwesen, Braunschweig
- WÖRNER, T.; LÖCHERER, L.; KANDLER, S.; CHARIF, K.; REICHEL, J. (2002): Untersuchung von lösemittelsparenden Verfahren Extraktion von Bitumen aus Asphalt im Vergleich zu

- DIN 1996-6 und Bestimmung der Präzision. Forschungsbericht der Schriftenreihe Forschung Straßenbau und Straßenverkehrstechnik, Heft 844, i. A. des Bundesministeriums für Verkehr, Bau- und Wohnungswesen, Bonn
- WÖRNER, T.; LÖCHERER, L. (2001): Reduzierung des Lösemittelverbrauchs bei Prüfung von Asphalt im Laboratorium. Straße und Autobahn, Heft 3/2001, Kirschbaum Verlag, Bonn
- ZENKE, G. (1989): Zum Löseverhalten von Asphaltenen: Anwendung von Löslichkeitsparameter-Konzepten auf Kolloidfraktionen schwerer Erdölprodukte. Dissertation, Technische Universität Clausthal, Fakultät für Bergbau, Hüttenwesen und Maschinenwesen, Clausthal
- ZENKE, G. (1990): Stoffbestand und Verhalten von Straßenbaubitumen: Eine Übersicht zum Stand der Erkenntnisse (I). „Bitumen“, Heft 3, Arbeitsgemeinschaft der Bitumen-Industrie e. V., Hamburg
- ZENKE, G. (1991a): Stoffbestand und Verhalten von Straßenbaubitumen: Eine Übersicht zum Stand der Erkenntnisse (II). „Bitumen“, Heft 2, Arbeitsgemeinschaft der Bitumen-Industrie e. V., Hamburg
- ZENKE, G. (1991b): Stoffbestand und Verhalten von Straßenbaubitumen: Eine Übersicht zum Stand der Erkenntnisse (III). „Bitumen“, Heft 4, Arbeitsgemeinschaft der Bitumen-Industrie e. V., Hamburg
- ZIRKLER, E. (2001): Asphalt – Ein Werkstoff durch Jahrtausende. Giesel Verlag, Isernhagen

Schriftenreihe

Berichte der Bundesanstalt für Straßenwesen

Unterreihe „Straßenbau“

2011

S 66: Qualitätssicherung von Waschbetonoberflächen
Breitenbücher, Youn € 14,50

S 67: Weiterentwicklung der automatisierten Merkmalerkennung im Rahmen des TP3
Dieser Bericht liegt nur in digitaler Form vor und kann kostenpflichtig unter www.nw-verlag.de heruntergeladen werden.
Canzler, Winkler € 16,50

S 68: Lärmindernder Splittmastixasphalt
Ripke
Dieser Bericht liegt nur in digitaler Form vor und kann unter <http://bast.opus.hbz-nrw.de/> heruntergeladen werden.

S 69: Untersuchung der Messunsicherheit und der Klassifizierungsfähigkeit von Straßenbelägen
Müller, Wasser, Germann, Kley € 14,50

S 70: Erprobungsstrecke mit Tragschichten ohne Bindemittel aus ziegelreichen RC-Baustoffen
Dieser Bericht liegt außerdem in digitaler Form vor und kann unter [http:// bast.opus.hbz-nrw.de](http://bast.opus.hbz-nrw.de) heruntergeladen werden.
Jansen, Kurz € 16,00

S 71: Enteignung für den Straßenbau – Verfahrensvereinheitlichung – Privatisierung – Referate eines Forschungsseminars des Arbeitskreises „Straßenrecht“ im September 2010 in Bonn € 15,00

S 72: Griffigkeitsprognose an offenporigen Asphalten – Teil 2: Neue Baumaßnahmen
Jansen, Pöppel-Decker € 15,00

S 73: Längsebenheitsauswerteverfahren „Bewertetes Längsprofil“ – Weiterentwicklung der Längsebenheitsbewertung der Zustandserfassung und -bewertung
Maerschalk, Ueckermann, Heller € 18,50

2012

S 74: Verbundprojekt „Leiser Straßenverkehr 2“ – Reduzierte Reifen-Fahrbahn-Geräusche
Projektgruppe „Leiser Straßenverkehr 2“ € 30,50

S 75: Abschätzung der Risiken von Hang- und Böschungsrutschungen durch die Zunahme von Extremwetterereignissen
Krauter, Kumerics, Feuerbach, Lauterbach € 15,50

S 76: 42. Erfahrungsaustausch über Erdarbeiten im Straßenbau
Maerschalk, Ueckermann, Heller € 18,50

S 77: Netzplanung – Netzbildung – Netzbereinigung
Durner € 16,50

S 78: Untersuchung des Einflusses der Grobtextur auf Messergebnisse mit dem SKM-Verfahren
Bürckert, Gauterin, Unrau € 16,50

2013

S 79: Gussasphalt ohne Abstreuerung
Ripke € 9,00

S 80: Entwicklung einer neuen Versuchstechnik zur Bestimmung der Grenze zwischen halbfestem und festem Boden
Vogt, Birle, Heyer, Etz € 17,50

S 81: Das straßenrechtliche Nutzungsregime im Umbruch – Aktuelle Fragen des Planungsrechts
Durner € 15,00

2014

S 82: Qualitätskontrolle PWS – Wehner/Schulze Quality Control
Teil 1: Auswertung der Kenndaten der PWS Prüfung
Teil 2: Auswertung von Vergleichsuntersuchungen zur Prüfung der Poliereinheit mittels Schleifpapier
Jansen

Dieser Bericht liegt nur in digitaler Form vor und kann unter <http://bast.opus.hbz-nrw.de/> heruntergeladen werden.

S 83: Die Stellung der Gemeinden im Straßenrecht – aktuelle Probleme des Umweltrechts – Referate eines Forschungsseminars des Arbeitskreises „Straßenrecht“ am 23./24. September 2013 in Bonn
Durner € 17,00

S 84: Anforderungen an die Erhaltung von Radwegen
Maerschalk, Oertelt € 19,00

S 85: Kornformbeurteilung mit dem optischen Partikelmessgerät Camsizer®
Kunz

Dieser Bericht liegt nur in digitaler Form vor und kann unter <http://bast.opus.hbz-nrw.de/> heruntergeladen werden.

2015

S 86: Einfluss des Asphaltgranulates auf die bemessungs- und ermüdungsrelevanten Materialeigenschaften einer zwangsgemischten, kaltgebundenen und bitumendominanten Tragschicht
Radenberg, Miljković, Schäfer

Dieser Bericht liegt nur in digitaler Form vor und kann unter <http://bast.opus.hbz-nrw.de/> heruntergeladen werden

S 87: Untersuchungen zur Ermittlung von Präzisionswerten für zwei AKR-Schnelltests Durchführung und Auswertung
Müller, Seidel, Böhm

Dieser Bericht liegt nur in digitaler Form vor und kann unter [http:// bast.opus.hbz-nrw.de/](http://bast.opus.hbz-nrw.de/) heruntergeladen werden.

S 88: Verwendung von AKR-geschädigtem Betonaufbruch für hydraulisch gebundene Tragschichten
Hüniger, Börner

Dieser Bericht liegt nur in digitaler Form vor und kann unter [http:// bast.opus.hbz-nrw.de/](http://bast.opus.hbz-nrw.de/) heruntergeladen werden.

S 89: Ermittlung von repräsentativen Substanzwerten in homogenen Abschnitten

Villaret, Frohböse, Jähnig, Karcher, Niessen, Buch, Zander
Dieser Bericht liegt nur in digitaler Form vor und kann unter <http://bast.opus.hbz-nrw.de/> heruntergeladen werden.

S 90: AKR-Untersuchungen für Fahrbahndecken aus Beton mit Waschbetonoberfläche

Müller, Seidel, Böhm, Stark, Ludwig, Seyfarth
Dieser Bericht liegt nur in digitaler Form vor und kann unter [http:// bast.opus.hbz-nrw.de/](http://bast.opus.hbz-nrw.de/) heruntergeladen werden.

S 91: Straßen im Gesamtsystem der Verkehrsträger
Durner

Dieser Bericht liegt nur in digitaler Form vor und kann unter [http:// bast.opus.hbz-nrw.de/](http://bast.opus.hbz-nrw.de/) heruntergeladen werden.

S 92: Längsebenheitsmesssysteme – Überprüfung der Signalverarbeitungsverfahren nach dem Prinzip der Mehrfachabtastung (HRM)

Neubeck, Wiesebrock
Dieser Bericht liegt nur in digitaler Form vor und kann unter [http:// bast.opus.hbz-nrw.de/](http://bast.opus.hbz-nrw.de/) heruntergeladen werden.

2016

S 93: Bewertung und Optimierung der Hydrophobierung zur Verminderung des AKR-Schädigungsfortschrittes in Fahrbahn-deckenbetonen

Weise, Schrang € 19,50

S 94: Beanspruchung und Entfernbarkeit temporärer Fahrbahnmarkierung

Kemper, Schacht, Klaproth, Oeser, Beyer € 16,50

S 95: Bezugsgröße für den Verdichtungsgrad von Schichten ohne Bindemittel

Bialucha, Merkel, Motz, Demond, Schmidt, Ritter, Haas € 14,50

S 96: Bewertungshintergrund für den Widerstand gegen Polieren von Gesteinskörnungen nach dem PWS-Verfahren

Dudenhöfer, Rückert
Dieser Bericht liegt nur in digitaler Form vor und kann unter <http://bast.opus.hbz-nrw.de/> heruntergeladen werden.

S 97: Einheitliche Bewertungs- kriterien für Elemente der Straßenverkehrsinfrastruktur im Hinblick auf Nachhaltigkeit – Straße und Tunnel

Fischer, Sauer, Jungwirth, Baumgärtner, Hess, Ditter, Roth, Xalter
Dieser Bericht liegt nur in digitaler Form vor und kann unter <http://bast.opus.hbz-nrw.de/> heruntergeladen werden.

S 98: Verifikation eines Europäischen Prüfverfahrens zur Beurteilung der Dauerhaftigkeit von Asphalt

Böhm, Beara
Dieser Bericht liegt nur in digitaler Form vor und kann unter <http://bast.opus.hbz-nrw.de/> heruntergeladen werden.

S 99: Ansprache und Steuerung von Healing-Effekten bei Asphalt

Wistuba, Alisov, Isailović
Dieser Bericht liegt nur in digitaler Form vor und kann unter <http://bast.opus.hbz-nrw.de/> heruntergeladen werden.

S 100: Probekörperherstellung für performance-basierte Asphaltprüfungen

R. Roos, C. Karcher, A. Wittenberg
Dieser Bericht liegt nur in digitaler Form vor und kann unter <http://bast.opus.hbz-nrw.de/> heruntergeladen werden.

S 101: Belastungseinrichtung Mobile Load Simulator MLS10 Sensorik zur Beanspruchungsdetektion im ersten gemeinsamen Versuchsbetrieb

Wacker, Scherckenbach, Rabe, Golkowski
Dieser Bericht liegt nur in digitaler Form vor und kann unter <http://bast.opus.hbz-nrw.de/> heruntergeladen werden.

S 102: Effizienz technischer Sicherungsmaßnahmen im Erdbau – Lysimeteruntersuchungen unter Laborbedingungen – Teil 1: Bodenmaterial

Kellermann-Kinner, Bürger, Marks € 16,50

S 103: Effizienz technischer Sicherungsmaßnahmen im Erdbau – Untersuchungen von Bauweisen in Freilandlysimetern – Teil 1: Untersuchungszeitraum 2010 - 2013

Brand, Tiffert, Endres, Schnell, Marks, Kocher € 19,50

S 104: Nachhaltige und effiziente Sanierung von Schlaglöchern

Thienert, Beckedahl, Koppers, Paffrath, Nafe € 15,00

2017

S 105: Untersuchungen zur Überprüfung des Luftporenanteils als Verdichtungsanforderung bei feinkörnigen Böden und bindigen Mischböden

Lypp, Birle, Heyer, Vogt € 20,50

S 106: Zusammenhang zwischen Bitumenchemie und straßenbautechnischen Eigenschaften

Radenberg, Nytus, Gehrke
Dieser Bericht liegt nur in digitaler Form vor und kann unter <http://bast.opus.hbz-nrw.de/> heruntergeladen werden.

S 107: Baustoffe für standfeste Bankette

Koukoulidou, Birle, Heyer € 15,50

S 108: Neue Wege zur Finanzierung des Straßenbaus – Entwicklungen des europäischen Umweltrechts – Referate eines Forschungsseminars des Arbeitskreises „Straßenrecht“ am 21./22. September 2015 in Bonn

Durner
Dieser Bericht liegt nur in digitaler Form vor und kann unter <http://bast.opus.hbz-nrw.de/> heruntergeladen werden.

S 109: RIVA – Risikoanalyse wichtiger Verkehrsachsen des Bundesfernstraßennetzes im Kontext des Klimawandels

Korn, Leupold, Mayer, Kreienkamp, Spekat € 15,50

S 110: Vergleichbarkeit der Auslaugraten von Materialien mit und ohne Sandzumischung nach dem Säulenkurzverfahren (DIN 19528)

Lin, Linnemann, Vollpracht € 16,50

2018

S 111: Bitumenextraktion aus Asphalt mit dem nachwachsenden Rohstoff Octansäuremethylester(Kokosester)

Alisov, Wistuba
Dieser Bericht liegt nur in digitaler Form vor und kann unter <http://bast.opus.hbz-nrw.de/> heruntergeladen werden.

Fordern Sie auch unser kostenloses Gesamtverzeichnis aller lieferbaren Titel an! Dieses sowie alle Titel der Schriftenreihe können Sie unter der folgenden Adresse bestellen:

Fachverlag NW in der Carl Schünemann Verlag GmbH
Zweite Schlachtpforte 7 · 28195 Bremen
Tel. +(0)421/3 69 03-53 · Fax +(0)421/3 69 03-63

Alternativ können Sie alle lieferbaren Titel auch auf unserer Website finden und bestellen.

www.schuenemann-verlag.de