
Ermittlung der Verfahrenspräzision europäischer Asphaltprüfnormen der Serie 12697 bei Verwendung von Tetrachlorenchen (Per)

Fachveröffentlichung der
Bundesanstalt für
Straßenwesen

Ermittlung der Verfahrenspräzision europäischer Asphaltprüfnormen der Serie 12697 bei Verwendung von Tetrachlorethen (Per)

von

Stephan Büchler, Frederik Kollmus, Michael P. Wistuba
Institut für Straßenwesen (ISBS), TU Braunschweig

Impressum

Fachveröffentlichung zu Forschungsprojekt: 07.0314
Ermittlung der Verfahrenspräzision europäischer Asphaltprüfnormen der Serie 12697 bei Verwendung von Tetrachlorethen (Per)

Fachbetreuung:
Franz Bommert

Referat:
Asphaltbauweisen

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

<https://doi.org/10.60850/fv-s-07.0314>

Bergisch Gladbach, Juli 2024

Zu diesem Forschungsprojekt werden nur die Kurzfassung und der Kurzbericht veröffentlicht. Die Langfassung des Schlussberichts kann auf Anfrage an verlag@bast.de zur Verfügung gestellt werden.

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 Kommunikation.

Kurzfassung

Ermittlung der Verfahrenspräzision europäischer Asphaltprüfnormeder Serie 12697 bei Verwendung von Tetrachlo- rethen (Per)

Das derzeitige Standardlösemittel für die Bindemittlextraktion aus Asphaltmischgut ist Trichlorethen (Tri), dessen Verwendung jedoch bis 2023 befristet ist. Als Alternative wird das Lösemittel Tetrachlorethen (auch Perchlorethylen, kurz Per) bereits seit 2020 in der Werkseigenen Produktionskontrolle problemlos angewendet.

Mit dem kürzlich abgeschlossenen Projekt FE 07.0301 wurde der Nachweis der Gleichwertigkeit von Per und Tri bei der Extraktion und Rückgewinnung geschaffen. Als letzter Schritt der Umstellung erfolgt mit diesem Projekt eine Erhebung von Daten, um die Präzision der Verfahren zu bestimmen. Damit kann der universelle Einsatz des Lösemittels in das Deutsche Regelwerk übernommen werden und Per steht auch für Kontrollprüfungen zur Verfügung.

Zur Ermittlung der Streumaße wurden 7 Mischgutsorten (AC 11 D S, SMA 8 S, AC 32 T N, AC 16 B S, PA 8, 2 x MA 8 S) mit unterschiedlichen Bindemitteln hergestellt und in 13 Laboren mittels Per extrahiert, das rückgewonnene Bindemittel analysiert und die Korngrößenverteilung bestimmt. Als Streumaße wurden die Spannweite der Einzelwerte, die Wiederholgrenze r und die Vergleichsgrenze R ermittelt.

Für die folgenden Merkmale wurden im Ringversuch Streumaße berechnet:

- Bindemittelgehalt,
- Kenngrößen der Korngrößenverteilung,
- Erweichungspunkt Ring und Kugel am rückgewonnenen Bindemittel,
- Elastische Rückstellung am rückgewonnenen Bindemittel (nur Polymermodifizierte Bindemittel) und
- Bitumen-Typisierung-Schnell-Verfahren BTSV am rückgewonnenen Bindemittel.

Zusätzlich erfolgt im ISBS-Labor die Rückgewinnung mittels Trichlorethen als Referenz und für drei Asphaltarten (AC 16 B S, PA 8 und ein MA 8 S) wurde das frische, das RTFOT-gealterte und das rückgewonnene Bindemittel mittels erweiterter Bitumenprüfungen untersucht, um mögliche Veränderungen oder Auffälligkeiten zu erkennen.

Die Auswertung des Ringversuchs ergab folgende Ergebnisse:

- Für den Bindemittelgehalt liegen Wiederhol- und Vergleichpräzision im Wesentlichen unterhalb der Kennwerte der TP Asphalt, Ausnahme: Vergleichsgrenze SMA 8 S und PA 8.
- Bei der Korngrößenverteilung bestätigen Füller-, Fein- und Sandanteil die Streumaße der TP Asphalt-StB.
- Beim Splittanteil werden die Streumaße im Wesentlichen bestätigt, Ausnahme: Vergleichsgrenze AC 16 B S und Wiederholgrenze AC 32 T N.
- Die ermittelten Streumaße für den Grobkomanteil liegen alle deutlich unterhalb der Kennwerte der TP Asphalt-StB.
- Für den Überkomanteil werden die Anforderungen der TL Asphalt-StB bzw. ZTV Asphalt-StB statistisch abgesichert.

Bei den Bitumenprüfungen können die viskositätsveränderten Bitumen in die Auswertung einbezogen werden, da Ihre Ergebnisse keine Auffälligkeiten zeigen. Weiterhin beziehen sich die Streumaße der Prüfverfahren auf frische Bitumen. Die hier ermittelten Streumaße der Bitumenprüfverfahren liegen generell um einen Faktor von ca. 2 höher.

- Beim Erweichungspunkt Ring und Kugel können die Ergebnisse durch die Angaben der EN 12697-3 bestätigt werden, jedoch liegt die hier ermittelte Vergleichsgrenze R höher.
- Bei der Elastischen Rückstellung können die ermittelten Streumaße als plausibel angesehen werden.
- Für das BTSV können die Streumaße der Polymermodifizierten Bitumen als plausibel angesehen werden, jedoch liegen die Streumaße der Straßenbau-bitumen nahe des Bereichs der Polymermodifizierten Bitumen.
- Für den im BTSV ermittelten Phasenwinkel existieren keine Angaben zur Präzision. Mit dem Faktor von ca. 2 bei rückgewonnenen Bitumen ergibt sich hier als Abschätzung für die Wiederhol- und Vergleichsgrenze: $r = 0,59^\circ$ und $R = 2,88^\circ$.

Die Ergebnisse der zusätzlichen Bitumenprüfungen lassen eindeutig erkennen, dass die Bitumeneigenschaften nach Rückgewinnung mit Per praktisch gleichzusetzen sind mit den Bitumeneigenschaften nach Rückgewinnung mit Tri und teilweise mit den Eigenschaften des mittels RTFOT kurzzeitgealterten Bitumen.

Im Wesentlichen bestätigen die hier ermittelten Streumaße die bisher in den Regelwerken angegebenen Verfahrenspräzisionen. Die in einigen Fällen verhältnismäßig hohe Vergleichpräzision kann der teilweise noch fehlenden Routine bei der

Extraktion und Destillation zugeschrieben werden und sollte sich in Zukunft wieder minimieren.

Änderungen im Regelwerk bzgl. der Streumaße werden nicht als notwendig angesehen. In allen Regelwerken, welche auf Tri Bezug nehmen, können diese Passagen gelöscht und Per als Lösemittel zur universellen Benutzung frei gegeben werden.

Damit kann ein nahtloser Übergang von den Extraktionen mit Trichlorethen auf Tetrachlorethen erfolgen, so dass die Qualitätssicherung weiterhin auf einem hohen Niveau betrieben werden kann.

Abstract

Determination of the process precision of European asphalt test standards of the 12697 series using tetrachloroethene (Per)

The current solvent for bituminous binder extraction from asphalt mixtures is trichloroethene (Tri), but its use is limited until 2023. As an alternative the solvent tetrachloroethene (also known as perchlorethylene, or Per) is already in use since 2020 for the production control without any problems.

The recently finished research project FE 07.0301 proofed the equivalence of Per and Tri in extraction and binder recovery. For a final step to change to Per this project is determining the statistical precision of the test methods after extraction and distillation process. By implementing the results into the German standards, the universal use of the solvent Per can be allowed in Germany.

To determine this statistical spread, 7 types of mixtures (AC 11 D S, SMA 8 S, AC 32 T N, AC 16 B S, PA 8, 2 x MA 8 S) with different bituminous binders were prepared and extracted in 13 laboratories by means of Per. Afterwards the recovered bitumen were analyzed and the grading curves determined. To evaluate the statistical precision, the spread of the single values, the repeatability limit r and the reproducibility limit R were determined as spread limits.

The statistical spreads were calculated for the following characteristics in a round robin test:

- Binder content,
- Characteristics of the grading curve,
- Softening point ring and ball of the recovered bitumen,
- Elastic recovery of the recovered bitumen (only polymer modified binders) and
- "Bitumen-Typisierung-Schnell-Verfahren" BTSV of the recovered bitumen.

In addition, recovery using Tri as a reference was carried out in the ISBS laboratory and for three asphalt mixtures (AC 16 B S, PA 8 and one MA 8 S) the fresh, the RTFOT-aged and the recovered binders were examined by means of extended bitumen test methods in order to identify changes or abnormalities in the characteristics of the bitumen.

The analyses of the round robin test lead to this results:

- Repeatability and reproducibility limits of determined binder contents are essentially below the limits in German standard TP Asphalt, except the reproducibility limits of SMA 8 S and PA 8.
- Filler (<0.063 mm), fine (<0.125 mm) and sand (0.063 – 2.0 mm) fractions calculated from the particle size distribution confirm the limits of TP Asphalt-StB.
- Analyzing the grit fraction (>2.0 mm), the spread limit is essentially confirmed, except for the reproducibility limit of the AC 16 B S and the repeatability limit of the AC 32 T N.
- The spread limits determined for the coarse grit fraction are all below the limits of TP Asphalt-StB.
- For the oversize fraction, the requirements of German standards TL Asphalt-StB and ZTV Asphalt-StB are statistically verified.

Analyzing the results of bitumen test methods, viscosity modified bitumen can also be included in the round robin test, as their results don't show any deviations or observations. As all spread limits in bitumen test methods refer to virgin bitumen, the determined spread limits in the bitumen test methods, using recovered bitumen, are generally increased by a factor of approx. 2.

- The determined spread limits for the softening point ring and ball confirm the specifications of EN 12697-3, except the determined reproducibility limit R, exceeding the limit.
- For elastic recovery, the determined spread limits are reasonable, as no limits for recovered bitumen exists.
- Analyzing the resulting temperature of BTSV, spread limits of polymer modified bitumen can be considered reasonable. The spread limits of the plain bitumen should be lower, but also reached the level of the polymer modified bitumen.
- For the phase angle, resulting from BTSV, no information about spread limits exists. Using a factor of approx. 2 for recovered bitumen, the estimation for the repeatability and reproducibility limits would be: $r = 0.59^\circ$ and $R = 2.88^\circ$.

The results of the additional bitumen tests indicate explicit that the bitumen properties after recovery with Per are equivalent to the bitumen properties after recovery with Tri and often similar to the properties of the short term aged bitumen by RTFOT.

In essence, all determined spread limits confirm the limits given in the German standards and regulations. Some of the high reproducibility limits can be caused by a lack of routine in extraction and distillation process with Per and should decrease in future.

Regarding German Standards and regulations, no changes are considered to be necessary. In standards referring to Tri, these passages can be deleted and can be replaced by Per as a solvent for universal use.

The results of this round robin test will allow the final transition in extraction from trichloroethylene to tetrachloroethylene, so the high level assurance in asphalt mixture analysis can be kept up.

Kurzbericht

Ermittlung der Verfahrenspräzision europäischer Asphaltprüfnormen der Serie 12697 bei Verwendung von Tetrachlorethen (Per)

1 Einleitung

Das derzeitige Standardlösemittel für die Bindemittlextraktion aus Asphaltmischgut ist Trichlorethen (Tri). Gemäß REACH-Verordnung ist Tri erheblichen Restriktionen unterworfen, weshalb die Verwendung bis 2023 befristet ist. Es ist daher ein alternativer Weg zu finden, um die primären Asphalteeigenschaften Bindemittelgehalt und Korngrößenverteilung, sowie die Eigenschaften des rückgewonnenen Bitumens im Routinebetrieb zielsicher zu bestimmen.

In den DIN EN 12697-1 und -3 und damit auch den TP Asphalt-StB, Teile 1 und 3 sind bereits alternative Lösemittel genannt. Dazu gehört u. a. Tetrachlorethen (auch Perchlorethylen genannt, kurz Per). In Deutschland wird Per bereits seit 2020 im Rahmen der Werkseigenen Produktionskontrolle regelmäßig eingesetzt.

Während im kürzlich abgeschlossenen Projekt FE 07.0301 „Ermittlung der Eigenschaften des nach Extraktion zurückgewonnenen bitumenhaltigen Bindemittels unter Verwendung von Trichlorethen (Tri) und Tetrachlorethen (Per)“ (Wörner und Patzak 2022) die Gleichwertigkeit von Per und Tri bei der Extraktion und Rückgewinnung nachgewiesen wurde, erfolgt in diesem Projekt der nächste Schritt. Es sind Präzisionsdaten für das Prüfverfahren der Rückgewinnung mit dem Lösemittel Tetrachlorethen (Per) und für die am rückgewonnenen Bindemittel ermittelten Eigenschaften zu gewinnen.

Das Lösemittel Per wird international z. B. in Frankreich (Mouillet et al. 2012) oder Österreich (Hospodka et al. 2017) eingesetzt, jedoch werden in den Ländern nur wenige Angaben zur Präzision gemacht. Meist wird auf die EN 12697-1 und -3 verwiesen, welche zwar Angaben zur Präzision enthalten, jedoch nur bedingt für das Lösemittel Per. Für die Destillation werden in den EN 12697-1 höhere Streumaße bei der Prüfung der rückgewonnenen Bitumen angesetzt, als im Prüfverfahren angegeben. Lediglich in den ASTM D8159-19 werden Angaben zur Präzision bei einem Einsatz von Per gemacht, welche im Bereich der deutschen TP Asphalt-StB, Teil 1 liegen.

Insgesamt ergab die Literaturlauswertung, dass der Einsatz von Per als Lösemittel unproblematisch ist und gegenüber anderen, national üblichen, Lösemitteln praktisch keine Unterschiede in den Eigenschaften der rückgewonnenen Bitumen erkennbar sind.

2 Untersuchungsmethodik

Zur Ermittlung der Verfahrenspräzisionen gemäß (FGSV Merkblatt 926-4) wurden 7 praxisübliche Asphaltarten und –sorten mit unterschiedlichen Bindemitteln eingesetzt, siehe Tabelle 1.

Tabelle 1: Für das Projekt eingesetzte Asphalt- und Bitumensorten

Nr.	Asphalt-sort	Bitumen	Zusammensetzung	Herstellung
1	AC 11 D S	25/55-55 A	-	Mischwerk
2	SMA 8 S	25/55-55 A	-	Mischwerk
3	AC 32 T N	50/70	Mit Ausbauasphalt	Mischwerk
4	AC 16 B S	25/55-55 A (RC)	Mit Ausbauasphalt	Mischwerk
5	PA 8	40/100-65 A	-	Labor
6	MA 8 S	20/30 + Sasobit	Viskositätsverändernd	Mischwerk
7	MA 8 S	PmB 25/45 VL	Viskositätsverändernd	Labor

Zur Ermittlung der Präzisionsdaten wurden an 13 Labore (Mischwerke und nach RAP-Stranerkannte Prüfstellen) Mischgutproben der einzelnen Sorten verteilt, diese dort mittels Per extrahiert, anschließend die Korngrößenverteilung bestimmt und das rückgewonnene Bindemittel analysiert. Die angesprochenen Labore / Prüfstellen extrahierten jede Mischgutsorte 3-mal (13 Prüfstellen, 7 Messniveaus, 3-fache Belegung der Ergebnisse).

Jedes Labor bestimmte nach Prüfanleitung folgende Merkmale je Probe:

- Bindemittelgehalt gemäß TP Asphalt, Teile 1 und 3,
- Kenngrößen der Korngrößenverteilung gemäß TP Asphalt-StB, Teil 2,
- Erweichungspunkt Ring und Kugel gemäß DIN EN 1427 am rückgewonnenen Bindemittel,
- Elastische Rückstellung gemäß DIN EN 13398 am rückgewonnenen Bindemittel (nur Polymermodifizierte Bindemittel),
- Temperatur und Phasenwinkel aus dem Bitumen-Typisierungs-Schnell-Verfahren BTSV gemäß AL DSR „BTSV“ am rückgewonnenen Bindemittel.

Allen Laboren sei an dieser Stelle für die kostenfreie Teilnahme an dem Ringversuch ausdrücklich gedankt.

Zur Qualitätssicherung erfolgte begleitend zum Ringversuch im ISBS-Labor die Rückgewinnung mittels Trichlorethen als Referenz. Neben dem Prüfumfang des Ringversuchs wurden die Bitumen der drei Asphaltarten AC 16 B S, PA 8 und MA 8 S im frischen und RTFOT-gealterten Zustand, sowie die rückgewonnenen Bindemittel aus dem jeweiligen Mischgut mit weitergehenden Bitumenprüfungen (Nadelpenetration, MSCR-Test, Kälteflexibilität am BBR) untersucht: So können möglich Veränderungen oder Auffälligkeiten erkannt werden.

Abschließend werden anhand der gewonnenen Streumaße und Erkenntnisse mögliche Änderungen im Regelwerk vorgeschlagen.

3 Ergebnisse des Ringversuchs

In der Auswertung wurden für jedes Merkmal zunächst die Ergebnisse grafisch angegeben, um zu überprüfen, ob mögliche technische Ausreißer vorliegen. Anschließend erfolgt die statistische Auswertung gemäß (FGSV Merkblatt 926-4). Für jedes Messniveau werden so die Spannweite der Einzelwerte d_a (soweit vorhanden), die Wiederholgrenze r und die Vergleichsgrenze R berechnet.

Am Beispiel des löslichen Bindemittelgehalt B_{SD} wird das Vorgehen kurz präsentiert. Die Ergebnisse wurden von allen 13 Prüfstellen bestimmt und sind in Abbildung 1 (links) dargestellt.

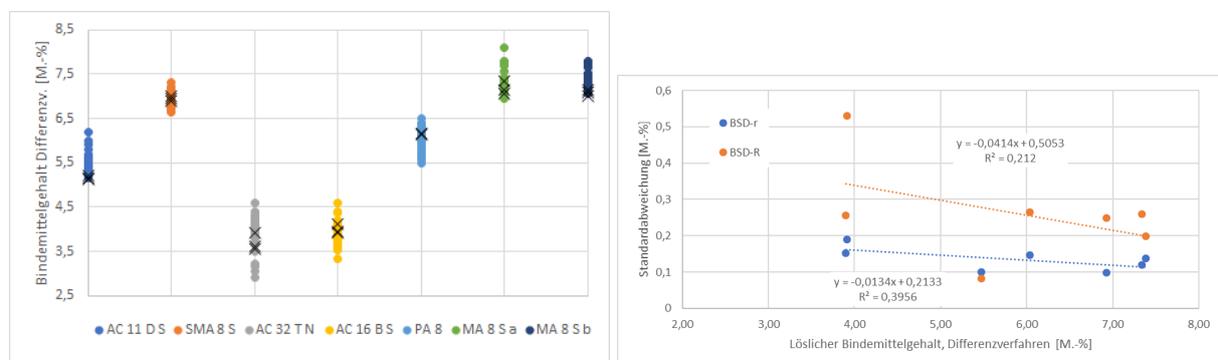


Abbildung 1. Übersicht der Ergebnisse (links) und Abhängigkeit der Wiederhol- und Vergleichsstandardabweichung (rechts) des löslichen Bindemittelgehalts, Differenzverfahren.

Die Ergebnisse der mit Tri durchgeführten Extraktionen sind als Kreuze markiert. Sie liegen alle im Bereich der mit Per bestimmten Bindemittelgehalte. Die Ergebnisse in Abbildung 1

lassen keine technischen Ausreißer erkennen, so dass alle Daten zur statistischen Auswertung herangezogen werden. Die berechneten Standardabweichungen s sowie die Wiederhol- und Vergleichsgrenzen r und R können der Tabelle 2 entnommen werden.

Tabelle 2: Berechnete Standardabweichungen des Bindemittelgehaltes B_{SD}

	AC 11 D S	SMA 8 S	AC 32 T N	AC 16 B S	PA 8	MA 8 Sa	MA 8 Sb
\bar{x}	5,47	6,93	3,91	3,90	6,04	7,34	7,38
Anzahl	38	38	38	39	39	36	39
Labore	13	13	13	13	13	12	13
s_{ri}	0,1006	0,1002	0,1891	0,1513	0,1473	0,1188	0,1377
r_i	0,2786	0,2777	0,5237	0,4192	0,4081	0,3291	0,3814
s_{Ri}	0,0816	0,2539	0,5307	0,2567	0,2650	0,2589	0,1979
R_i	0,2259	0,7032	1,4700	0,7110	0,7339	0,7172	0,5481

In Abbildung 1 (rechts) sind die Standardabweichungen der einzelnen Messniveaus i (Asphaltsorten) s_{ri} und s_{Ri} in Abhängigkeit vom Zahlenwert des Ergebnisses grafisch dargestellt. Die Wiederholpräzision (blaue Punkte) zeigt keine Abhängigkeiten des Bindemittelgehaltes. Bei der Vergleichpräzision (orange Punkte) weisen die Daten des AC 32 T N deutlich höhere Werte auf. Dies wird u. a. bereits in den TP Asphalt-StB, Teil 1 berücksichtigt. Im statistischen Sinne können die Präzisionsdaten somit in zwei Gruppen geteilt werden:

Gruppe I: AC 11 D S, SMA 8 S, AC 16 B S, PA 8, MA 8 S und

Gruppe II: AC 32 T N

Im Weiteren wird jedoch die Gruppierung der TP Asphalt.-StB, Teil 1 beibehalten, da die Ergebnisse keine zwingende neue Einteilung begründen.

Eine Übersicht der Ergebnisse der statistischen Auswertung kann der Tabelle 3 entnommen werden. Für die untersuchten Merkmale ergab sich folgendes:

- **Bindemittelgehalt**
Der Tabelle 3 kann entnommen werden, dass für den Bindemittelgehalt die Präzisionskennwerte im Wesentlichen unterhalb der Kennwerte der TP Asphalt liegen. Lediglich die Vergleichpräzisionen in der Gruppe I (SMA 8 S und PA 8) liegen oberhalb der aktuellen Kennwerte.
Hier wird in der Zukunft mit hoher Wahrscheinlichkeit mehr Routine bei der Extraktion und Destillation gewonnen werden, was einen positiven Einfluss auf die Präzision haben wird.
An dieser Stelle sei darauf hingewiesen, dass sich die löslichen Bindemittelgehalte B_{SD} und B_{SR} sowie die daraus abgeleiteten Streumaße durchaus unterscheiden, jedoch keine offensichtliche Systematik aufweisen. Die Streumaße der Gesamt-Bindemittelgehalte liegen auf dem Niveau der löslichen Bindemittelgehalte. Somit kann kein wesentlicher Einfluss des Fülleranteils auf die Präzision des Bindemittelgehalts ermittelt werden.
- Bei der Korngrößenverteilung zeigen Fülleranteil ($< 0,063$ mm), Feinanteil ($< 0,125$ mm) und Sandanteil ($0,063 - 2,0$ mm) etwas niedrigere Streumaße, als in den TP Asphalt-StB angegeben. Die ermittelten Werte liegen allerdings recht nahe an den bestehenden Kennwerten, so dass diese in vollem Umfang bestätigt werden.
- Beim Splittanteil $d_{max} \leq 16$ mm liegt insbesondere der AC 16 B S mit seinen Streumaßen deutlich oberhalb der weiteren Asphaltsorten. Ohne den AC 16 B S werden die bestehenden Kennwerte bestätigt. Hier ist abzuwägen, ob die Trennung bzgl. der Korngröße ggf. auf 11 mm abgesenkt werden sollte, oder ob es sich um ein Phänomen aufgrund der noch geringen Routine handelt.
Für den Splittanteil $d_{max} > 16$ mm liegt die ermittelte Wiederholpräzision (nur AC 32 T N) oberhalb des bestehenden Kennwertes, während die ermittelte Vergleichpräzision deutlich unter dem bestehenden Kennwert liegt. Hier ist zu berücksichtigen, dass nur

eine Asphaltsorte untersucht wurde und auch hier die ggf. noch geringe Routine zu diesem Ergebnis führt.

- Die ermittelten Streumaße für den Grobkornanteil liegen erfreulicherweise alle deutlich unterhalb der bestehenden Werte. Nach den hier ermittelten Ergebnissen könnten die Kennwerte in den TP Asphalt-StB sogar gesenkt werden.
- Für den Überkornanteil gibt es gemäß TP Asphalt-StB keine Angaben zur Präzision. Die Ermittlung dieser Kennwerte dienen dazu, die in den TL Asphalt-StB bzw. ZTV Asphalt-StB geforderten Grenzwerte statistisch abzusichern. Die Grenzwerte können hier eindeutig bestätigt werden.
- Die bestehenden Verfahrenspräzisionen des Erweichungspunktes Ring und Kugel werden sowohl für die Straßenbaubitumen, als auch für die Polymermodifizierten Bitumen überschritten. Hierbei ist zu berücksichtigen, dass keine frischen, sondern rückgewonnene Bitumen geprüft wurden. Das bedeutet, dass sowohl bei Herstellung des Asphalts, als auch Rückgewinnung inkl. Destillation unvermeidbare Beanspruchungen des Bitumens auftreten. Die ermittelten Streumaße liegen in einem Bereich der ca. 1,8 bis 3,2-mal so hoch ist wie die bestehenden Streumaße. Dies kann durchaus noch als plausibel angesehen werden, da z. B. in (Renken und Büchler 2011) vergleichbare Streumaße ermittelt wurden.
- Auch die Verfahrenspräzisionen der Elastischen Rückstellung gelten für frisches Bitumen. Die hier ermittelten Streumaße am rückgewonnenen Bitumen sind in einem günstigen Fall um einen Faktor von ca. 1,2 bis 2,0, im schlechten Fall von ca. 2,2 bis 3,5 größer. Dies liegt im Bereich der Veränderung des Erweichungspunktes Ring und Kugel und wird daher als noch plausibel angenommen.
- Für das BTSV werden, analog zum Erweichungspunkt Ring und Kugel, höhere Streumaße ermittelt, als in der Norm angegeben. Auch hier ist wieder zu berücksichtigen, dass keine frischen, sondern rückgewonnene Bitumen geprüft wurden. Die ermittelten Streumaße liegen in einem Bereich der ca. 1,4 bis 2 mal so hoch wie die bestehenden Streumaße ist. Dies entspricht wieder dem Bereich, den auch die Erweichungspunkte aufweisen und wird daher ebenfalls als plausibel angesehen.

Zu den Bitumenprüfungen ist anzumerken, dass die viskositätsveränderten Bitumen in die Auswertung einbezogen wurden, da Ihre Ergebnisse keine Auffälligkeiten zeigen. Vereinfachend können die ermittelten Streumaße am rückgewonnenen Bitumen mit einem Faktor von 2 gegenüber den Streumaßen der frischen Bitumen abgeschätzt werden.

Tabelle 3: Zusammenstellung der ermittelten Streumaße gegenüber den Präzisionsdaten der Prüfvorschriften bzw. den Toleranzen der ZTV Asphalt-StB 07/13

Prüfmerkmal	Präzision des Prüfverfahrens gemäß TP / hier ermittelt		Toleranz gemäß ZTV Asphalt-StB 07/13	
	Kategorie	Wiederholgrenze Vergleichsgrenze	Kategorie	Toleranz
Bindemittel- gehalt [M.-%]	AC TD, AC D, SMA, PA	0,22 / 0,22 0,39 / 0,44	AC TD, AC B, AC D, SMA, PA, MA	± 0,4
	AC T, AC B, MA	0,36 / 0,35 0,66 / 0,57	AC T	± 0,5
Fülleranteil, < 0,063 mm [M.-%]	alle	0,6 / 0,82 1,4 / 1,18	AC T	-3,0 / +7,0
			AC TD, AC B, AC D, SMA	± 3,0
			MA	± 4,5
			PA	± 2,0
Feinanteil, < 0,125 mm [M.-%]	alle	0,7 / 0,71 1,3 / 1,15	AC T	-3,0 / +7,0
			AC TD, AC B, AC D	± 3,0
Sandanteil, 0,063 - 2,0 mm [M.-%]	alle	2,0 / 1,91 4,0 / 3,25	AC T, AC TD, AC B, AC D, SMA, MA	± 8,0
			PA	± 2,5
	dmax ≤ 16 mm	1,5 / 1,76	PA	± 6,0

Splittanteil, > 2,0 mm [M.-%]		3,0 / 2,65		
	dmax > 16 mm	3,5 / 4,66 7,0 / 5,28	AC TD, AC B, AC D, SMA, MA	± 8,0
Grobkornanteil [M.-%]	alle	11,0 / 3,72 13,5 / 5,75	AC T	± 9,0
			AC D, MA, AC TD	± 5,0
			PA	± 6,0
			AC T, SMA	± 8,0
	AC B		± 9,0	
Überkornanteil [M.-%]	alle	- / 2,25 - / 2,79	alle	≤ 10 %
Prüfmerkmal	Präzision des Prüfverfahrens hier ermittelt		Präzision gemäß Prüfvorschrift	
	Kategorie	Einzelwerte Wiederholgrenze Vergleichgrenze	Kategorie	Einzelwerte Wiederholgrenze Vergleichgrenze
Erweichungs- punkt Ring und Kugel	Straßenbaubitumen	0,704 1,849 6,487	Straßenbaubitumen	1,0 1,0 2,0
	Polymermodifiziertes Bitumen	0,664 1,885 6,477	Polymermodifiziertes Bitumen	2,0 1,5 3,5
Elastische Rückstellung	-	1,839 4,375 12,306	-	5 % vom Mittelwert 4 7
BTSV, T	Straßenbaubitumen	0,447 1,187 4,935	Straßenbaubitumen	0,5 0,5 2,0
	Polymermodifiziertes Bitumen	0,534 2,039 5,470	Polymermodifiziertes Bitumen	0,5 1,0 4,0
BTSV, δ	-	0,336 1,190 5,764	-	-

Die in Tabelle 3 genannten Gesamttoleranzen der ZTV Asphalt-StB 07/13 gehen davon aus, dass Streuungen der Asphaltproduktion (siehe (Büchler und Wistuba 2015)), der Probenahme und der Prüfverfahren berücksichtigt werden. Die Verfahrenspräzisionen sollten somit immer deutlich geringer als die Toleranzen der ZTV Asphalt-StB ausfallen, so dass das Prüfverfahren als „Fehlerquelle“ in den Hintergrund tritt. Im Vergleich der Streumaße kann festgehalten werden, dass die Toleranzen der ZTV Asphalt-StB 07/13 in jedem Fall ausreichend groß sind, um die hier ermittelten Streumaße der Prüfverfahren zu überdecken und damit Spielraum für die Herstellungspräzision lassen.

Neben dem Prüfumfang des Ringversuchs wurden drei der eingesetzten Bitumen einem erweiterten Prüfumfang in unterschiedlichen Alterungsstufen unterzogen, um mögliche Veränderungen oder Auffälligkeiten der Bindemittel bei dem Extraktionsverfahren mit Per zu erkennen. Die Ergebnisse weisen eindeutig nach, dass die in diesen Prüfverfahren ermittelten Bitumeneigenschaften nach Rückgewinnung mit Per praktisch gleich zu den Bitumeneigenschaften nach Rückgewinnung mit Tri sowie teilweise gleich zu den kurzzeitgealterten Bitumen sind.

4 Anregungen und Änderungsvorschläge

Erfreulicherweise wurden nur wenige Kommentare an den Forschungsnehmer gemeldet, was letztlich für die einfache Umstellung von Tri auf Per spricht. Wichtigste Anregung ist die stufenweise bzw. langsame Absenkung des Unterdrucks auf 200 hPa. Es wird vorgeschlagen,

eine Zwischenstufe von 400 hPa bei der Temperaturstufe T_1 vorzusehen. Weiterhin wird vorgeschlagen in der Anfangsphase in den Laboren zunächst Erfahrungen zu sammeln, in dem z. B. Test-Extraktionen an unterschiedlichen Asphaltarten durchgeführt werden.

In den Regelwerken der TP Asphalt-StB, den TL Asphalt-StB oder ZTV Asphalt-StB sind keine Änderungen bzgl. der Verfahrenspräzisionen oder der Toleranzen notwendig.

Jedoch muss noch in den TP Asphalt-StB, Teil 1 in Tabelle 1 die Absenkung des Drucks P_1 auf 200 hPa angegeben werden (Wörner und Patzak 2022). Weiterhin sollte ein Hinweis erfolgen, dass der Druck P_1 langsam oder stufenweise erreicht werden sollte. Es wird vorgeschlagen, eine Zwischenstufe von 400 hPa vorzusehen.

Weiterhin sind mehrere Regelwerke (E GmBA, M TA, u. a.) zu überprüfen, ob Passagen mit dem Lösemittel Tri vorhanden sind und das Lösemittel Per als Ersatz geeignet ist.

5 Zusammenfassung

In diesem Projekt wurde ein Ringversuch an sieben unterschiedlichen Asphaltarten durchgeführt, mit dem Ziel, die Verfahrenspräzision des Bindemittelgehalts, der Korngrößenverteilung sowie von Merkmalen am rückgewonnenen Bindemittel (Erweichungspunkt Ring und Kugel, Elastische Rückstellung und Bitumen-Typisierungs-Schnell-Verfahren) zu ermitteln, bei Einsatz von Tetrachlorethen (Per) als Lösemittel.

Die Ergebnisse der 13 teilnehmenden Labore weisen im Wesentlichen gleiche Streumaße wie in den bestehenden Prüfvorschriften auf. Die Vergleichpräzision liegt in einigen Fällen höher, was mit einer noch geringen Routine mit dem Lösemittel begründet wird. Viskositätsveränderte Bindemittel aus Gussasphalten konnten problemlos überprüft werden. Eine weitergehende Untersuchung von mit Tri rückgewonnenen Bitumen zum mit Per rückgewonnenen Bitumen ergab die Gleichwertigkeit der Bitumeneigenschaften, teilweise auch mit den kurzzeitgealterten Bitumen.

Neben einer bereits geplanten Änderung der TP Asphalt-StB, Teil 1 sind keine Veränderungen der Regelwerke bzgl. der Verfahrenspräzisionen notwendig. Das Lösemittel Tetrachlorethen (Per) kann universell eingesetzt werden und Textpassagen, welche Tri als Lösemittel nennen, können durch Per ersetzt werden.

6 Literatur

Büchler, Stephan; Wistuba, Michael P. (2015): Ermittlung der herstellungsbedingten Streuungen von Asphaltmischanlagen zur Gewinnung einer Gesamttoleranz gemäß ZTV Asphalt-StB. Schlussbericht FE 07.0223/2007/ARB im Auftrag des Bundesministeriums für Verkehr, Bau und Stadtentwicklung.

Hospodka, Markus; Hofko, Bernhard; Blab, Ronald (2017): Impact of distillation temperature on the solvent residue and viscoelastic properties of asphalt binders. In: *Road Materials and Pavement Design* 19 (6), S. 1275–1287.

FGSV Merkblatt 926-4, 1982: Merkblatt über die statistische Auswertung von Prüfergebnissen.

Mouillet, V. L.; Pierard, N.; Mollenhauer, Konrad; Gabet, Thomas; Farcas, Fabienne; Ginoux, M. S. et al. (2012): European project RE-ROAD: Round robin test on extraction and recovery methods for reclaimed asphalts with polymer modified bitumens. In: 5th Eurasphalt & Eurobitume Congress. Istanbul, June 13-15, 2012. EAPA & Eurobitume.

Renken, Peter; Büchler, Stephan (2011): Ermittlung der Verfahrenspräzision Europäischer Asphaltprüfnormen der Serie 12697. Bonn: Bundesministerium für Verkehr, Bau und Stadtentwicklung (Forschung Straßenbau und Straßenverkehrstechnik, Heft 1059).

Wörner, Thomas; Patzak, Jörg (2022): Tetrachlorethen (Per) als Lösemittel für die Extraktion von Asphalt. In: *Straße und Autobahn* 73 (7), S. 574–583. DOI: 10.53184/STA7-2022-3.

Summary

Determination of the process precision of European asphalt test standards of the 12697 series using tetrachloroethene (Per)

1 Introduction

In Germany the current solvent for bituminous binder extraction from asphalt mixtures is trichloroethene (Tri). According to the REACH regulation, Tri is subjected to considerable restrictions, which is why its use is limited to 2023. Therefore, it is necessary to find an alternative way to accurately determine the asphalt properties binder content and gradation curve, as well as the properties of the recovered bitumen, in routine work.

Alternative solvents are already named in DIN EN 12697-1 and -3 and thus also in the German TP Asphalt-StB, Parts 1 and 3. This includes Tetrachloroethene (also called perchloroethylene, or Per for short). In Germany, Per has been used regularly since 2020 as part of production control.

While the project FE 07.0301 "Ermittlung der Eigenschaften des nach Extraktion zurückgewonnenen bitumenhaltigen Bindemittels unter Verwendung von Trichlorethen (Tri) und Tetrachlorethen (Per)" (Wörner und Patzak 2022) proofed the equivalence of Per and Tri in extraction and recovery, the next step takes place in this project, carried out by the ISBS. The procedural precision has to be obtained for the test methods after recovery with the solvent tetrachloroethene (Per) and the properties of the recovered binder need to be determined.

The solvent Per is used internationally e.g. in France (Mouillet et al. 2012) or Austria (Hospodka et al. 2017), but only few details were given on the precision values in that countries. Reference is usually made to EN 12697-1 and -3, which contain information on procedural precisions, but not limited to the solvent Per. For distillation, EN 12697-3 declares higher deviations when testing the recovered bitumen, than specified in the procedural standards. Only in ASTM D8159-19 are details given on the use of Per, which are within the range of the German TP Asphalt-StB, Part 1.

Overall, the evaluation of the literature showed that Per as a solvent can be used without problems and there are practically no differences in the properties of the recovered bitumen compared to other, nationally used solvents.

2 Examination methods

To determine the procedural precision according to (FGSV Merkblatt 926-4), 7 common types of asphalt mixtures containing different binder types were used, see Table 1.

Table 1: In this research project included asphalt mixtures and binder types

Nr.	Asphalt mixture	Binder	Content	Processing
1	AC 11 D S	25/55-55 A	-	mixing plant
2	SMA 8 S	25/55-55 A	-	mixing plant
3	AC 32 T N	50/70	With RAP	mixing plant
4	AC 16 B S	25/55-55 A (RC)	With RAP	mixing plant
5	PA 8	40/100-65 A	-	Laboratory
6	MA 8 S	20/30 + Wax	Viscosity changing additives	mixing plant
7	MA 8 S	PmB 25/45 VL	Viscosity changing additives	Laboratory

In order to determine the procedural precision, asphalt mixture samples were distributed to 13 laboratories (mixing plants and labs accredited by German RAP Stra). The mixtures were extracted using Per, then the binder content and the grading curve were determined and the recovered bitumen were analyzed. The addressed laboratories extracted each mixture type 3 times (13 labs, 7 levels, 3 results). Each laboratory determined the following properties for each mixture according to the test procedures:

- Binder content according to TP Asphalt, Parts 1 and 3
- Grading curve parameters according to TP Asphalt-StB, Part 2,
- Softening point ring and ball according to DIN EN 1427 on the recovered bitumen,
- Elastic recovery according to DIN EN 13398 on the recovered bitumen (only polymer-modified bitumen)
- Fast bitumen characterization test (BTSV) according to AL DSR "BTSV" on the recovered bitumen

At this point we would like to thank all laboratories for participating free of costs in the round robin test.

For verification, the recovery using trichlorethylene was carried out in parallel to the round robin test in the ISBS laboratory. Additionally, the virgin and RTFOT-aged binders of the three asphalt mixtures AC 16 B S, PA 8 and MA 8 S, as well as the binders recovered from the mixtures, were investigated by extended binder tests methods (needle penetration, MSCR test, low temperature behavior on the BBR). In this way changes or abnormalities by using Per can be detected.

Finally, changes in the German standards and requirements are proposed on the basis of the deviations.

3 Results of the round robin test

For data analysis, the results for each property were first given graphically in order to check whether there are any technical outliers. The statistical analysis is then carried out in accordance with (FGSV Merkblatt 926-4). The range of the individual limit d_a (if available), the repeatability limit r and the reproducibility limit R are calculated for each mixture.

This procedure is presented shortly by using the example of the soluble binder content B_{SD} . The results were determined by all 13 labs and are shown in Figure 1 (left).

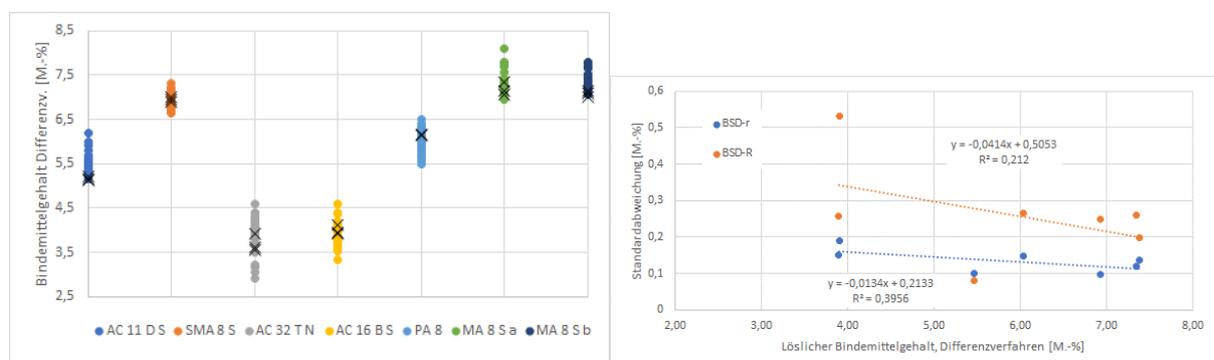


Figure 1. Graphical presentation of results (left) und dependency of repeatability and comparability (right) of the soluble binder content, difference method.

The results of the extractions performed with Tri are marked as crosses. They are all within the range of the binder contents determined with Per. The results in Figure 1 do not show any

technical outliers, so all data are used for statistical analysis. The calculated standard deviation s and the repeatability limit r and reproducibility limit R can be found in Table 2.

Table 2: Calculated standard deviations of the soluble binder content B_{SD}

	AC 11 D S	SMA 8 S	AC 32 T N	AC 16 B S	PA 8	MA 8 Sa	MA 8 Sb
\bar{x}	5.47	6.93	3.91	3.90	6.04	7.34	7.38
Quantity	38	38	38	39	39	36	39
No. Labs	13	13	13	13	13	12	13
s_{ri}	0.1006	0.1002	0.1891	0.1513	0.1473	0.1188	0.1377
r_i	0.2786	0.2777	0.5237	0.4192	0.4081	0.3291	0.3814
s_{Ri}	0.0816	0.2539	0.5307	0.2567	0.2650	0.2589	0.1979
R_i	0.2259	0.7032	1.4700	0.7110	0.7339	0.7172	0.5481

In Figure 1 (right), the standard deviations of the asphalt mixture s_{ri} and s_{Ri} are shown graphically as a function of the determined mean value. The repeatability (blue dots) shows no dependence on the binder content. The mixture AC 32 T N shows significantly higher values for the reproducibility (orange dots). This is already taken into account in the TP Asphalt-StB, Part 1. According to these statistical results two groups of spreading can be build:

Group I: AC 11 D S, SMA 8 S, AC 16 B S, PA 8, MA 8 S and

Group II: AC 32 T N

However, the grouping of the TP Asphalt-StB, Part 1 is retained because the results do not enforce a new classification.

An overview of the results of the statistical analysis can be found in Table 3. The examined properties lead to the following results:

- Binder content
Table 3 shows that the resulting deviations and limits for the binder content are below the limits of TP Asphalt. Only the reproducibility in group I (SMA 8 S and PA 8) is above the current limits.
It is expected that extraction and distillation will become more routine in future, which will have a positive impact on the procedural precision.
The soluble binder contents B_{SD} and B_{SR} and their deviations differ, but do not show any obvious systematics. The spread of the total binder content is on the same level as the soluble binder content. Thus, no significant impact of the filler content on the deviation of the binder content can be determined.
- Analyzing the grading curve, the filler content (< 0.063 mm), fines content (< 0.125 mm) and sand content ($0.063 - 2.0$ mm) show a slightly lower limit than specified in the TP Asphalt-StB. The determined values are quite close to the existing limits and will confirm them.
- Regarding the grit, for mixtures with the aggregate size $d_{max} \leq 16$ mm, the deviation of the AC 16 B S in particular is significantly higher in comparison to the remaining asphalt mixtures. Without the AC 16 B S, the limits of the TP Asphalt-StB are confirmed. Perhaps it has to be considered whether the separation with regard to the aggregate size d_{max} should be reduced to 11 mm, or whether this is a phenomenon due to the lack of routine.
Regarding the grit, for mixtures with the aggregate size $d_{max} > 16$ mm, the determined repeatability (only AC 32 T N) is above the existing limits, while the determined reproducibility is significantly below the existing limits. It should be noted that only one asphalt mixture type was examined and also that the low level of routine leads to this result.
- The deviation determined for the coarse particle fraction are all below the procedural limits. According to the results determined here, the limits in the TP Asphalt-StB could even be reduced.

- According to TP Asphalt-StB, there is no precision information for the oversize fraction. The determination of these deviations serves to verify the limit values required in the TL Asphalt-StB or ZTV Asphalt-StB. These limits can be confirmed here.
- The existing limits of the softening point ring and ball are exceeded for plain binder and polymer modified binder. However, in this project recovered binder were tested instead of virgin binder. So the binder is subjected to unavoidable stresses during production of asphalt mixtures and recovery, including distillation. The determined spreadings ranges from about approx. 1.8 to 3.2 to the existing limits. This can be considered as plausible, since in (Renken und Büchler 2011) comparable spreading's were determined.
- The procedural limits of the elastic recovery also apply to virgin binder. The range of the determined limits are larger by a factor of approx. 1.2 to 2. This is within the range of the change determined for the softening point ring and ball and is therefore assumed to be plausible.
- For the BTSV, similar to the softening point ring and ball, higher deviations are determined than specified in the German standard. Again, it should be noted that recovered binder was tested instead of virgin binder. The range of the determined limits are larger from about approx. 1.4 to the existing limits. Again this corresponds to the range of the softening points ring and ball, so it is also considered to be plausible.

Regarding the binder tests, it should be noted that the bitumen with viscosity changing additives were always included in the analysis, since their results did not show any noticeable problems. To simplify the change between virgin and recovered bitumen, the limits determined on the recovered bitumen can be estimated with a factor of 2 compared to the limits of virgin bitumen.

Table 3: Overview of determined statistical limits compared with limits declared in the test specifications and German standard ZTV Asphalt-StB 07/13

Property	Limits of test specification accord. specification / determined		tolerance accord. ZTV Asphalt-StB 07/13	
	category	repeatability reproducibility	category	tolerance
Binder content [M.-%]	AC TD, AC D, SMA, PA	0.22 / 0.22 0.39 / 0.44	AC TD, AC B, AC D, SMA, PA, MA	± 0.4
	AC T, AC B, MA	0.36 / 0.35 0.66 / 0.57	AC T	± 0.5
Filler, < 0.063 mm [M.-%]	All	0.6 / 0.82 1.4 / 1.18	AC T	-3.0 / +7.0
			AC TD, AC B, AC D, SMA	± 3.0
			MA	± 4.5
			PA	± 2.0
Fines, < 0.125 mm [M.-%]	All	0.7 / 0.71 1.3 / 1.15	AC T	-3.0 / +7.0
			AC TD, AC B, AC D	± 3.0
Sand, 0.063 – 2.0 mm [M.-%]	All	2.0 / 1.91 4.0 / 3.25	AC T, AC TD, AC B, AC D, SMA, MA	± 8.0
			PA	± 2.5
Grit, > 2.0 mm [M.-%]	dmax ≤ 16 mm	1.5 / 1.76 3.0 / 2.65	PA	± 6.0
	dmax > 16 mm	3.5 / 4.66 7.0 / 5.28	AC TD, AC B, AC D, SMA, MA	± 8.0
Coarse [M.-%]	All	11.0 / 3.72 13.5 / 5.75	AC T	± 9.0
			AC D, MA, AC TD	± 5.0
			PA	± 6.0
			AC T, SMA	± 8.0
Oversize [M.-%]	All	- / 2.25 - / 2.79	AC B	± 9.0
			all	≤ 10 %

Property	Limits of test specification determined		Limits accord. to standard	
	category	Single value repeatability reproducibility	category	Single value repeatability reproducibility
Softening point ring and ball	Plain binder	0.704 1.849 6.487	Plain binder	1.0 1.0 2.0
	Polymer modified binder	0.664 1.885 6.477	Polymer modified binder	2.0 1.5 3.5
Elastic Recovery	-	1.839 4.375 12.306	-	5 % of mean value 4 7
BTSV, T	Plain binder	0.447 1.878 4.935	Plain binder	0.5 0.5 2.0
	Polymer modified binder	0.534 2.039 5.470	Polymer modified binder	0.5 1.0 4.0
BTSV, δ	-	0.336 1.190 5.764	-	-

All tolerances and limits of the ZTV Asphalt-StB 07/13 in Table 3 assume that the scatter of the asphalt production (see (Büchler und Wistuba 2015)), the scatter of sampling and the scatter of test methods are taken into account. The deviations of the test methods should therefore always be significantly lower than the tolerances of the ZTV Asphalt-StB, so that the test procedure as a "source of error" has no significant impact. Comparing all determined deviations / limits with the tolerances of the ZTV Asphalt-StB 07/13, all tolerances of ZTV Asphalt-StB are large enough to cover the deviations of the test methods determined here.

Additionally, three binders were subjected to an extended scope of testing in different aging conditions in order to identify possible abnormalities during extraction and distillation process with Per. The results show that the binder properties determined after recovery with Per are practically identical to the binder properties after recovery with Tri and often similar to the short-term aged binder.

4 Suggestions for modification

Fortunately, only a few comments were reported to ISBS, which shows the easy conversion from Tri to Per. The most important suggestion is the slow reduction of the negative pressure down to 200 hPa in distillation. It is proposed to generate an intermediate step of 400 hPa at first temperature level T1. Furthermore, it is suggested to gain experience in the laboratories after changing to Per, e.g. test extractions should be carried out on different types of asphalt mixtures.

The German standards TP Asphalt-StB, TL Asphalt-StB or ZTV Asphalt-StB don't need any modifications according their limit values or tolerance values.

However, in the German standard TP Asphalt-StB, Teil 1 in Table 1 the pressure P_1 has to be lowered to 200 hPa (Wörner und Patzak 2022). In addition, the advice should be given to reach this pressure slowly or stepwise. An intermediate step of 400 hPa is suggested.

Some more German standards (E GmBA, M TA, et alii) need to be reviewed to check for passages with the solvent Tri and if the solvent Per is suitable as a substitute.

5 Conclusion

In this project, a round robin test was carried out, containing seven different types of asphalt mixtures with the aim to determine the deviations of test procedures like the binder content, the grading curve and the properties of the recovered binder (softening point ring and ball, elastic recovery and BTSV), when using tetrachloroethene (Per) as a solvent.

The results of the 13 participating laboratories essentially show the same range of deviations as in the existing test specifications. In some cases, the reproducibility limits are higher, which can be explained by the fact that the use of the solvent is still not very common yet. Binders with viscosity changing additives from mastic asphalts could be analyzed without any problems. An investigation including short-term aged binder, binder recovered with Tri and binder recovered with Per showed that the binder properties were nearly equivalent.

In addition to already planned changes to the German standards TP Asphalt-StB, no changes concerning the limit values are necessary. The solvent tetrachloroethene (Per) can be used universally and text passages mentioning trichloroethene as a solvent can be replaced by Per.

6 Literature

Büchler, Stephan; Wistuba, Michael P. (2015): Ermittlung der herstellungsbedingten Streuungen von Asphaltmischanlagen zur Gewinnung einer Gesamttoleranz gemäß ZTV Asphalt-StB. Schlussbericht FE 07.0223/2007/ARB im Auftrag des Bundesministeriums für Verkehr, Bau und Stadtentwicklung.

Hospodka, Markus; Hofko, Bernhard; Blab, Ronald (2017): Impact of distillation temperature on the solvent residue and viscoelastic properties of asphalt binders. In: *Road Materials and Pavement Design* 19 (6), S. 1275–1287.

FGSV Merkblatt 926-4, 1982: Merkblatt über die statistische Auswertung von Prüfergebnissen.

Mouillet, V. L.; Pierard, N.; Mollenhauer, Konrad; Gabet, Thomas; Farcas, Fabienne; Ginoux, M. S. et al. (2012): European project RE-ROAD: Round robin test on extraction and recovery methods for reclaimed asphalts with polymer modified bitumens. In: 5th Eurasphalt & Eurobitume Congress. Istanbul, June 13-15, 2012. EAPA & Eurobitume.

Renken, Peter; Büchler, Stephan (2011): Ermittlung der Verfahrenspräzision Europäischer Asphaltprüfnormen der Serie 12697. Bonn: Bundesministerium für Verkehr, Bau und Stadtentwicklung (Forschung Straßenbau und Straßenverkehrstechnik, Heft 1059).

Wörner, Thomas; Patzak, Jörg (2022): Tetrachlorethen (Per) als Lösemittel für die Extraktion von Asphalt. In: *Straße und Autobahn* 73 (7), S. 574–583. DOI: 10.53184/STA7-2022-3.