
Ermittlung der Eigenschaften des nach Extraktion zurückgewonnenen bitumenhaltigen Bindemittels unter Verwendung von Trichlorethen (Tri) und Tetrachlorethen (Per)

Fachveröffentlichung der
Bundesanstalt für
Straßenwesen

Ermittlung der Eigenschaften des nach Extraktion zurückgewonnenen bitumenhaltigen Bindemittels unter Verwendung von Trichlorethen (Tri) und Tetrachlorethen (Per)

von

Thomas Wörner, Thomas Patzak
Technische Universität München

Impressum

Fachveröffentlichung zu Forschungsprojekt: 07.0301
Ermittlung der Eigenschaften des nach Extraktion zurückgewonnenen bitumenhaltigen Bindemittels unter Verwendung von Trichlorethen (Tri) und 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-07.0301>

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 Eigenschaften des nach Extraktion zurückgewonnenen bitumenhaltigen Bindemittels unter Verwendung von Trichlorethen (Tri) und Tetrachlorethen (Per)

In Deutschland wird zur Bestimmung des Bindemittelgehaltes von Asphalt und somit auch für die Rückgewinnung des Bindemittels für weitere Untersuchungen Trichlorethen (Trichlorethylen, Tri) und alternativ Toluol eingesetzt. Für einen schnellen Ersatz von Trichlorethen (TRI) bietet sich Tetrachlorethen (Tetrachlorethylen, umgangssprachlich: PER) an, da dieses Lösemittel bereits seit geraumer Zeit im angrenzenden europäischen Ausland eingesetzt wird.

Bevor Tetrachlorethen (PER) eingesetzt werden kann, ist jedoch zu untersuchen, ob zu dem bisherigen Bewertungshintergrund mit Trichlorethen (TRI) vergleichbare Ergebnisse vor allem hinsichtlich der Eigenschaften des rückgewonnenen Bindemittels erzielt werden können.

Durch die Auswahl von insgesamt 50 Proben wird ein repräsentativer Querschnitt der in Deutschland eingesetzten Asphalte und Bitumen bzw. Polymermodifizierten Bitumen sichergestellt. Für alle Untersuchungsvarianten wurden sowohl Proben des Asphaltmischgutes als auch Proben des eingesetzten Bindemittels beschafft. Bei den 25 Varianten mit Asphaltgranulat liegen auch Proben des eingesetzten Asphaltgranulates vor. Für die Extraktionen standen zwei baugleiche Extraktionsanlagen (Asphaltanalytoren) auf Basis der TP Asphalt-StB, Teil 1 zu Verfügung. Eine Anlage wurde hierbei mit Trichlorethen (TRI), die andere mit Tetrachlorethen (PER) betrieben.

Parallel zu der Probenbeschaffung mussten die Randbedingungen bei der Extraktion und der Bindemittelrückgewinnung festgelegt werden.

Die Bindemitteluntersuchungen erfolgten an den nach den unterschiedlichen Extraktionen rückgewonnenen Bindemitteln aus dem jeweiligen Asphaltmischgut und dem Asphaltgranulat sowie an den Bindemitteln im Anlieferungszustand durchzuführen.

Bei den in der Anfangsphase des Projektes durchgeführten Extraktionen zeigte sich im Tetrachlorethen-Analysator, dass die Gesteinskörnungen häufig in einem Vakuumschrank nachgetrocknet werden mussten. Als Möglichkeit der Verbesserung bietet sich die Zugabe von groben Gesteinskörnungen in deutlich größeren Kornklassen, als sie im zu prüfenden Asphalt vorkommen, an, um hierdurch die Siebflächen frei zu halten.

Die Ergebnisse der Vorversuche zur Rückgewinnung des Bindemittels nach Extraktion mit Tetrachlorethen (PER) zeigen auf, dass die Bindemittelrückgewinnung entgegen den Festlegungen der TP Asphalt-StB, Teil 3 bei 200 hPa erfolgen sollte. Die TP Asphalt-StB, Teil 3 sind entsprechend anzupassen.

Für Straßenbaubitumen gibt es einen Zusammenhang zwischen der Äquiviskositätstemperatur bei $G^* = 15 \text{ kPa}$ und dem Erweichungspunkt Ring und Kugel, für Polymermodifizierte Bitumen ergibt sich kein Zusammenhang. Die Rückformung im MSCRT könnte für die rückgewonnenen Bindemittel als Ersatz für die elastische Rückstellung herangezogen werden. Für beide Ersatzprüfmethoden ist jedoch ein ausreichender Bewertungshintergrund zu schaffen.

Beim Vergleich der Ergebnisse am mit Trichlorethen (TRI) und mit Tetrachlorethen (PER) extrahierten und rückgewonnenen Bindemittel zeigt, dass sich in den Regressionsrechnungen eine Steigung der Geraden von im Mittel 0,99 ergibt, so dass sich die einzelnen Kennwerte im Wesentlichen nur über einen Versatz auf der y-Achse unterscheiden. Die Bestimmtheitsmaße liegen immer über 0,9. Grundsätzlich ist festzustellen, dass die Ergebnisse für alle Bindemittleigenschaften nach Extraktion mit

Trichlorethen (TRI) und mit Tetrachlorethen (PER) sehr gut korrelieren und daher einem Ersatz von Trichlorethen nichts entgegensteht.

Zudem ist festzustellen, dass die Ergebnisse der Extraktionen mit den zwei Lösemitteln immer innerhalb der Vergleichspräzisionen der TP Asphalt-StB liegen. Ausgehend von der Zusammensetzung der Asphalte kann demnach problemlos auf Tetrachlorethen (PER) umgestellt werden, wie es schon die Erkenntnisse aus dem Ausland gezeigt haben.

Es wird empfohlen bei einem großflächigen Einsatz von Tetrachlorethen (PER) auf Produkte mit einem Anteil an Tetrachlorethen (PER) von mindestens 99,95 Gew.-% zurückzugreifen

Die Präzisionsdaten für die Prüfungen mit Tetrachlorethen (PER) sind vor Einführung in das Technische Regelwerk in einem Ringversuch zu ermitteln.

Abstract

Determination of the properties of the bituminous binder recovered after extraction using trichloroethene (Tri) and tetrachloroethene (Per)

In Germany, trichloroethene (trichloroethylene, Tri) and alternatively toluene are used to determine the binder content of asphalt and thus also to recover the binder for further investigations. For a quick replacement of trichloroethene (TRI), tetrachloroethene (tetrachloroethylene, colloquially: PER) is suitable, as this solvent has already been used for some time in neighbouring European countries.

Before tetrachloroethene (PER) can be used, however, it must be investigated whether comparable results can be achieved to the previous evaluation background with trichloroethene (TRI), especially with regard to the properties of the recovered binder.

The selection of a total of 50 samples ensures a representative cross-section of the asphalts and bitumens or polymer-modified bitumens used in Germany. Samples of both the asphalt mix and the binder used were obtained for all test variants. For the 25 variants with reclaimed asphalt, samples of the reclaimed asphalt used were also available. Two identical extraction-units (asphalt analysers) based on TP Asphalt-StB, Part 1 were available for the extractions. One system was operated with trichloroethene (TRI), the other with trachloroethene (PER).

Parallel to the procurement of samples, the boundary conditions for extraction and binder recovery had to be determined.

The binder tests were carried out on the binders recovered from the respective asphalt mix and the reclaimed asphalt after the various extractions, as well as on the binders in the as-delivered condition.

During the extractions carried out in the initial phase of the project, it became apparent in the tetrachloroethene analyser that the aggregates often had to be re-dried in a vacuum oven. One possibility for improvement is the addition of coarse aggregates in significantly larger particle size classes than occur in the asphalt to be tested, in order to keep the sieve surfaces free.

The results of the preliminary tests for the recovery of the binder after extraction with tetrachloroethene (PER) show that the binder recovery should take place at 200 hPa, contrary to the specifications of TP Asphalt-StB, Part 3. The TP Asphalt-StB, Part 3 must be adapted accordingly.

For road bitumens there is a correlation between the equiviscosity temperature at $G^* = 15$ kPa and the softening point ring and ball, for polymer modified bitumens there is no correlation. MSCRT recovery could be used as a surrogate for elastic recovery for the recovered binders. However, for both substitute test methods, a sufficient evaluation background has to be provided.

The comparison of the results for the binder extracted and recovered with trichloroethene (TRI) and with tetrachloroethene (PER) shows that the regression calculations show a slope of the straight lines of 0.99 on average, so that the individual characteristic values essentially only differ via an offset on the y-axis. The coefficients of determination are always above 0.9. Basically, it can be stated that the results for all binder properties correlate very well after extraction with trichloroethene (TRI) and with tetrachloroethene (PER) and therefore nothing stands in the way of replacing trichloroethene.

In addition, it can be stated that the results of the extractions with the two solvents always lie within the reproducibility of the TP Asphalt-StB. Based on the composition of the asphalts, it is therefore possible to switch to tetrachloroethene (PER) without any problems, as the findings from abroad have already shown.

The precision data for the tests with tetrachloroethene (PER) are to be determined in an interlaboratory comparison before introduction into the Technical Regulations.

Kurzbericht

Ermittlung der Eigenschaften des nach Extraktion zurückgewonnenen bitumenhaltigen Bindemittels unter Verwendung von Trichlorethen (Tri) und Tetrachlorethen (Per)

Einleitung, Problemstellung

In Deutschland wird zur Bestimmung des Bindemittelgehaltes von Asphalt und somit auch für die Rückgewinnung des Bindemittels für weitere Untersuchungen Trichlorethen (Trichlorethylen, Tri) und alternativ Toluol eingesetzt. 2010 wurde Trichlorethen (TRI) in die Kandidatenliste der besonders besorgniserregenden Stoffe (substances of very high concern, SVHC) der Europäischen Chemikalienverordnung REACH aufgenommen. Seit April 2013 steht Trichlorethen (TRI) rechtswirksam in der Autorisierungsliste (Anhang XIV) der REACH. Inzwischen gibt es eine gesonderte Zulassung bis zum 21.04.2023, wonach Trichlorethen (TRI) in den Laboratorien des Asphaltstraßenbaus nur noch in Kleinmengen verwendet werden darf. Nach Europäischer Norm können für die Bindemittelgehaltsbestimmung eine große Anzahl an Lösemitteln Verwendung finden. Für einen schnellen Ersatz von Trichlorethen (TRI) bietet sich Tetrachlorethen (Tetrachlorethylen, umgangssprachlich: PER) an, da dieses Lösemittel bereits seit geraumer Zeit im angrenzenden europäischen Ausland eingesetzt wird.

Ziel des Vorhabens

Bevor Tetrachlorethen (PER) in diesen Bereichen eingesetzt werden kann, ist jedoch in einem ersten Schritt zu untersuchen, ob zu dem bisherigen Bewertungshintergrund mit Trichlorethen (TRI) bzw. Toluol vergleichbare Ergebnisse vor allem hinsichtlich der Eigenschaften des rückgewonnenen Bindemittels erzielt werden können. Im Nachgang sind in einem zweiten Schritt im Rahmen eines getrennten Forschungsvorhabens die Präzisionsdaten der Prüfungen mit Tetrachlorethen (PER) zu ermitteln.

Die Eigenschaften des bitumenhaltigen Bindemittels im Asphalt werden entsprechend dem derzeit gültigen Regelwerk nach Rückgewinnung durch den Erweichungspunkt Ring und Kugel (EP RuK), bei Polymermodifizierten Bitumen zusätzlich durch die Elastische Rückstellung bestimmt. Im Rahmen des Vorhabens wurde auch die Möglichkeit des Einsatzes rheologischer Prüfungen im Dynamischen Scherrheometer (DSR) überprüft. Das Forschungsprojekt soll diesen Informationsbedarf decken und insbesondere unter bauvertraglichen Aspekten die Übertragung der in den ZTV Asphalt StB-07/13 formulierten Grenzwerte und Toleranzen an den EP RuK auf die Eigenschaft der Äquisteifigkeitstemperatur prüfen.

Untersuchungsprogramm

Durch die Auswahl von insgesamt 50 Proben wird ein repräsentativer Querschnitt der in Deutschland eingesetzten Asphalte und Bitumen bzw. Polymermodifizierten Bitumen sichergestellt (Tabelle 1).

Für alle 50 Untersuchungsvarianten wurden sowohl Proben des Asphaltmischgutes als auch Proben des eingesetzten Bindemittels beschafft. Bei den 25 Varianten mit Asphaltgranulat liegen auch Proben des eingesetzten Asphaltgranulates vor. Für die Extraktionen standen zwei baugleiche Extraktionsanlagen (Asphaltanalytoren) auf Basis der TP Asphalt-StB, Teil 1 zu Verfügung. Eine Anlage wurde hierbei mit Trichlorethen (TRI), die andere mit Tetrachlorethen (PER) betrieben.

Tabelle 1: Ausgewählte Proben für die Untersuchungen

	Asphalt mit AG		Asphalt ohne AG		
	Bitumen	PmB	Bitumen	PmB	KvB
Asphaltbetone AC für Asphaltdeckschichten Asphaltbinderschichten Asphalttragschichten	10	5 10	5		
Offenporige Asphalte PA Splittmastixasphalte SMA				5 10	
Gussasphalte MA					5

Parallel zu der Probenbeschaffung mussten die Randbedingungen bei der Extraktion und der Bindemittelrückgewinnung festgelegt werden.

Die in Tabelle 2 aufgeführten Bindemitteluntersuchungen erfolgten an den nach den unterschiedlichen Extraktionen rückgewonnenen Bindemitteln aus dem jeweiligen Asphaltmischgut und dem Asphaltgranulat sowie an den Bindemitteln im Anlieferungszustand durchzuführen.

Tabelle 2: Durchgeführte Bindemitteluntersuchungen an den frischen und rückgewonnenen Bindemitteln

	Asphalt mit AG		Asphalt ohne AG		
	Bitumen	PmB	Bitumen	PmB	KvB
Erweichungspunkt RuK					
Elastische Rückstellung					
Äquisteifigkeitstemperatur					
Phasenwinkel					
Rückformung, Nachgiebigkeit					
Phasenübergangstemperatur					
ReVis - Zugviskosität					

Voruntersuchungen zur Extraktion und Bindemittelrückgewinnung

Bei den in der Anfangsphase des Projektes durchgeführten Extraktionen zeigte sich im Tetrachlorethen-Analysator, dass die Gesteinskörnungen häufig in einem Vakuumschrank nachgetrocknet werden mussten. Als Möglichkeit der Verbesserung bietet sich die Zugabe von groben Gesteinskörnungen in deutlich größeren Kornklassen, als sie im zu prüfenden Asphalt vorkommen, an, um hierdurch die Siebflächen frei zu halten.

Die Ergebnisse der Vorversuche zur Rückgewinnung des Bindemittels nach Extraktion mit Tetrachlorethen (PER) zeigen auf, dass die Bindemittelrückgewinnung entgegen den Festlegungen der TP Asphalt-StB, Teil 3 bei 200 hPa erfolgen sollte. Die TP Asphalt-StB, Teil 3 sind entsprechend anzupassen.

Untersuchungen an den frischen und rück-gewonnenen bitumenhaltigen Bindemitteln

Untersuchungen zum Ersatz konventioneller Prüfungen

Um den Erweichungspunkt Ring und Kugel durch die Äquiviskositätstemperatur zu ersetzen, ist es von Bedeutung zu überprüfen, ob es Korrelationen zwischen diesen Werten gibt. In den Abbildungen 1 und 2 ist der Zusammenhang für Straßenbaubitumen bzw. Polymermodifiziertes Bitumen dargestellt. Aus den Abbildungen ist abzuleiten, dass es einen Zusammenhang zwischen der Äquiviskositätstemperatur bei $G^* = 15$ kPa und dem Erweichungspunkt Ring und Kugel für Straßenbaubitumen gibt. Für Polymermodifizierte Bitumen ergibt sich kein Zusammenhang, was darauf zurückzuführen ist, dass mit dem Erweichungspunkt Ring und Kugel keine Beschreibung der Eigenschaften von Polymermodifiziertem Bitumen möglich ist.

Für den möglichen Ersatz der elastischen Rückstellung bei den Polymermodifizierten Bitumen kommen die mit dem MSCR-Test ermittelten Ergebnisse (Rückformung und Nachgiebigkeit) in Frage. Die Rückformung im MSCRT könnte für die rückgewonnenen Bindemittel herangezogen werden, weshalb sich für die Frischbindemittel kein direkter Zusammenhang ergibt, konnte nicht geklärt werden.

Für beide Ersatzprüfmethoden ist jedoch ein ausreichender Bewertungshintergrund zu schaffen.

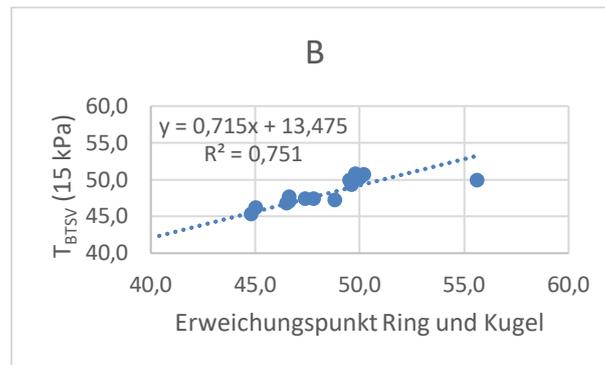


Abbildung 1: Zusammenhang zwischen Äquiviskositätstemperatur ($G^* = 15$ kPa) und dem Erweichungspunkt Ring und Kugel für die Straßenbaubitumen

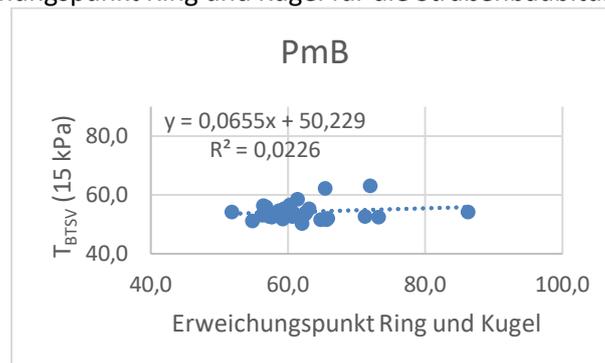


Abbildung 2: Zusammenhang zwischen Äquiviskositätstemperatur ($G^* = 15$ kPa) und dem Erweichungspunkt Ring und Kugel für die Polymermodifizierten Bitumen

Darstellung der Bitumeneigenschaften nach den Extraktionen mit den verschiedenen Lösemitteln

Bei der Umstellung von Trichlorethen (TRI) auf Tetrachlorethen (PER) für die Extraktion von Asphalt ist es von besonderem Interesse, wie sich dies auf die Eigenschaften des rückgewonnenen Bindemittels auswirkt. Bei den Regressionsrechnungen ergaben sich die in Tabelle 3 dargestellten Kennwerte.

Tabelle 3: Ergebnisse der Regressionsrechnung (lineare Regression) zu den Bitumenkennwerten nach Extraktion/Rückgewinnung mit Trichlorethen (TRI) bzw. mit Tetrachlorethen (PER) getrennt nach Asphaltgranulat und nach Asphaltmischgut

	Asphaltgranulat			Asphaltmischgut		
	a	b	R ²	a	b	R ²
EP RuK	0,95	3,55	0,95	1,03	-1,74	0,99
elast. Rückstellung	1,00	-2,41	0,87	0,91	3,96	0,90
T_{BTSV} (15 kPa)	0,96	3,29	0,93	1,03	-2,12	0,98
δ_{BTSV} (15 kPa)	0,34	49,58	0,53	1,00	-0,10	0,99
T_{BTSV} (50 kPa)	0,91	6,01	0,91	1,03	-1,70	0,99
δ_{BTSV} (50 kPa)	0,85	10,45	0,90	0,99	0,20	0,99
R	0,88	4,80	0,88	0,98	0,23	0,95
J	1,01	0,00	0,87	0,95	0,01	0,89
T_{PT}	kein ausreichender Datenumfang					

Beim Vergleich der Ergebnisse zeigt, dass die Regressionskoeffizienten für das Asphaltmischgut einheitlicher ausfallen als die für das Asphaltgranulat. Die Steigung der Gerade beträgt im Mittel 0,99, so dass sich die einzelnen Kennwerte im Wesentlichen nur über einen Versatz auf der y-Achse unterscheiden.

Grundsätzlich ist festzustellen, dass die Ergebnisse für alle Bindemittleigenschaften nach Extraktion mit Trichlorethen (TRI) und mit Tetrachlorethen (PER) sehr gut korrelieren und daher einem Ersatz von Trichlorethen nichts entgegensteht.

Darstellung der Unterschiede in der Asphaltzusammensetzung nach den Extraktionen mit den verschiedenen Lösemitteln

Für die Bewertung der Asphaltuntersuchungen mit Tetrachlorethen (PER) ist es auch von Bedeutung, wie sich die Extraktion auf die Zusammensetzung des Asphaltes hinsichtlich Bindemittelgehalt, Anteil an Korn über 2 mm, Sandanteil und Füllergehalt auswirkt. In Abbildung 3 sind die über alle Asphalte gemittelten Ergebnisse im Überblick dargestellt.

Die Ergebnisse zum Bindemittelgehalt weichen im Mittel um 0,1 M.-% ab, bei einem Maximalwert von 0,3 M.-% für die Untersuchung von Asphaltgranulat (RA). Da sich das Asphaltgranulat durchgängig als kritischer erwiesen hat, wurden diese Daten bei der Mittelwertbildung außer Acht gelassen.

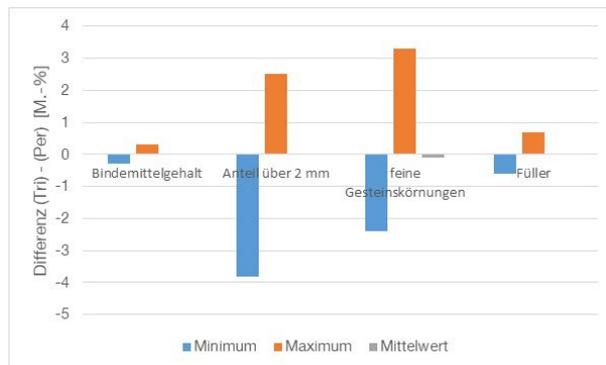


Abbildung 3: Über die Asphalte gemittelten Ergebnisse der Differenzen aus den Extraktionen mit Trichlorethen (TRI) und mit Tetrachlorethen (PER)

Grundsätzlich ist festzustellen, dass die Ergebnisse der Extraktionen mit den zwei Lösemitteln immer innerhalb der Vergleichspräzisionen der TP Asphalt-StB liegen. Ausgehend von der Zusammensetzung der Asphalte kann demnach problemlos auf Tetrachlorethen umgestellt werden, wie es schon die Erkenntnisse aus dem Ausland gezeigt haben.

Ausblick

Aufgrund der ermittelten Ergebnisse ist der Ersatz von Trichlorethen (TRI) durch Tetrachlorethen (PER) ohne Qualitätsverluste bei der Prüfung möglich. Somit könnten das gesamte Vertragswerk auf die Prüfung mit Tetrachlorethen (PER) umgestellt werden. Im Vorfeld ist jedoch zwingend die Präzision der Prüfverfahren in einem gesonderten Vorhaben zu ermitteln.

Aus den Untersuchungen ergeben sich im einzelnen folgende Erkenntnisse:

- Es gibt einen Zusammenhang zwischen der Äquiviskositätstemperatur bei $G^* = 15$ kPa und dem Erweichungspunkt Ring und Kugel für Straßenbaubitumen gibt. Für Polymermodifizierte Bitumen ergibt sich kein Zusammenhang.
- Hinsichtlich der elastischen Rückstellung könnte die Rückformung im MSCRT für die rückgewonnenen Bindemittel herangezogen werden, für Frischbindemittel sind weitere Untersuchungen erforderlich.
- Grundsätzlich ist festzustellen, dass die Ergebnisse für alle Bindemittleigenschaften nach Extraktion mit Trichlorethen (TRI) und mit Tetrachlorethen (PER) sehr gut korrelieren (Bestimmtheitsmaße über 0,9) und daher einem Ersatz von Trichlorethen nichts entgegensteht.
- Die Toleranzbereiche der ZTV Asphalt-StB müssen gegebenenfalls geringfügig angepasst werden.
- Ergebnisse der Extraktionen mit den zwei Lösemitteln liegen immer innerhalb der Vergleichspräzisionen der TP Asphalt-StB.

Es wird empfohlen bei einem großflächigen Einsatz von Tetrachlorethen (Per) auf Produkte mit einem Gehalt an Tetrachlorethen (Per) von mindestens 99,95 Gew.-% zurückzugreifen

Summary

Determination of the properties of the bituminous binder recovered after extraction using trichloroethene (Tri) and tetrachloroethene (Per)

Introduction, problem definition

In Germany, trichloroethene (trichloroethylene, Tri) and alternatively toluene are used to determine the binder content of asphalt and thus also to recover the binder for further investigations. In 2010, trichloroethene (TRI) was included in the candidate list of substances of very high concern (SVHC) of the European Chemicals Regulation REACH. Since April 2013, trichloroethene (TRI) has been legally included in the authorisation list (Annex XIV) of REACH. In the meantime, there is a separate authorisation until 21.04.2023, according to which trichloroethene (TRI) may only be used in small quantities in the laboratories of asphalt road construction. According to the European standard, a large number of solvents can be used for determining the binder content. For a quick replacement of trichloroethene (TRI), tetrachloroethene (Te-tra-chloro-ethylene, colloquially: PER) is suitable, as this solvent has already been used for some time in neighbouring European countries.

Aim of the project

Before tetrachloroethene (PER) can be used in these areas, however, it must be investigated in a first step whether comparable results can be achieved to the previous evaluation background with trichloroethene (TRI) or toluene, especially with regard to the properties of the recovered binder. In a second step, the precision data of the tests with tetrachloroethene (PER) are to be determined within the framework of a separate research project.

The properties of the bituminous binder in the asphalt are determined in accordance with the currently valid regulations after recovery by the softening point ring and ball (EP RuK), and in the case of polymer-modified bitumen additionally by the elastic recovery. The possibility of using rheological tests in the dynamic shear rheometer (DSR) was also examined as part of the project. The research project is intended to cover this need for information and, in particular, to examine the transfer of the limit values and tolerances formulated in ZTV Asphalt StB-07/13 to the EP RuK in comparison with the equistiffness temperature under construction contract aspects.

Investigation programme

The selection of a total of 50 samples ensures a representative cross-section of the asphalts and bitumens or polymer-modified bitumens used in Germany (Table 1).

For all 50 test variants, samples of the asphalt mixture as well as samples of the binder used were obtained. For the 25 variants with reclaimed asphalt, samples of the reclaimed asphalt used are also available. Two identical extraction systems (asphalt analysers) based on TP Asphalt-StB, Part 1 were available for the extractions. One system was operated with trichloroethene (TRI), the other with tetrachloroethene (PER).

Parallel to the procurement of samples, the boundary conditions for extraction and binder recovery had to be determined.

The binder tests listed in Table 2 were carried out on the binders recovered after the various extractions from the respective asphalt mix and the reclaimed asphalt, as well as on the binders as delivered.

Table 1: Selected samples for the examinations

	Asphalt with RA		Asphalt without RA		
	Bitumen	PmB	Bitumen	PmB	KvB
Asphalt Concrete AC for	10	5	5	5	
Surface course		10			
Binder course					
Base course				5	
Porous Asphalt PA				10	
Stone Mastix Asphalt SMA					
Mastic Asphalt MA					5

Table 2: Binder tests carried out on the fresh and recovered binders

	Asphalt with RA		Asphalt without RA		
	Bitumen	PmB	Bitumen	PmB	KvB
Softening point ring and ball					
Elastic recovery					
Equistiffness temperature					
Phase angle					
Recovery, resilience					
Phase transition temperature					
ReVis - Tensile viscosity					

Preliminary investigations for extraction and binder recovery

During the extractions carried out in the initial phase of the project, it became apparent in the tetrachloroethene analyser that the aggregates often had to be re-dried in a vacuum oven. One possibility for improvement is the addition of coarse aggregates in significantly larger particle size classes than occur in the asphalt to be tested, in order to keep the sieve surfaces free.

The results of the preliminary tests for the recovery of the binder after extraction with tetrachloroethene (PER) show that the binder recovery should take place at 200 hPa, contrary to the specifications of TP Asphalt-StB, Part 3. The TP Asphalt-StB, Part 3 must be adapted accordingly.

Investigations on the fresh and recovered bituminous binders

Investigations into the replacement of conventional tests

In order to replace the softening point ring and ball with the equiviscosity temperature, it is important to check whether there are correlations between these values. Figures 1 and 2 show the correlation for bitumen and polymer modified bitumen respectively. From the figures it can be deduced that there is a relationship between the equiviscosity temperature at $G^* = 15$ kPa and the softening point ring and ball for bitumen. For polymer modified bitumens there is no correlation, which is due to the fact

that with the softening point ring and ball no description of the properties of polymer modified bitumen is possible.

For the possible replacement of the elastic recovery in the polymer modified bitumens, the results obtained with the MSCRT test (recovery and compliance) come into question. The recovery in the MSCRT could be used for the recovered binders, why there is no direct correlation for the virgin binders could not be clarified.

For both substitute test methods, however, a sufficient assessment background must be created.

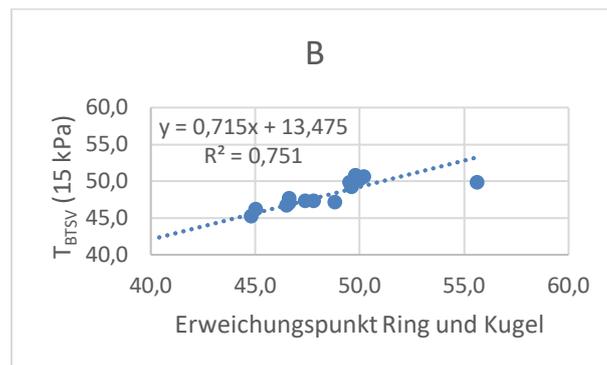


Figure 1: Relationship between equiviscosity temperature ($G^* = 15$ kPa) and the softening point ring and ball for bitumen

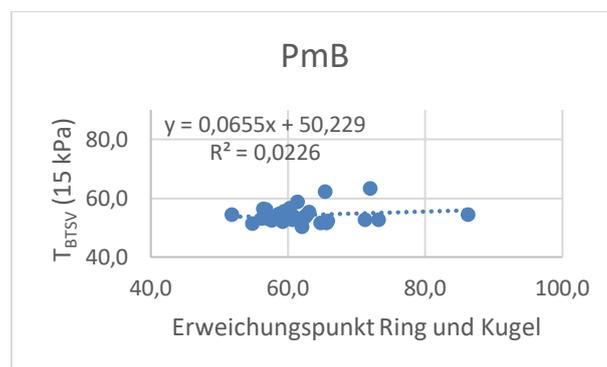


Figure 2: Relationship between equiviscosity temperature ($G^* = 15$ kPa) and the softening point ring and ball for polymer modified bitumen

Representation of the bitumen properties after the extractions with the different solvents

When switching from trichloroethene (TRI) to tetrachloroethene (PER) for the extraction of asphalt, it is of particular interest how this affects the properties of the recovered binder. The regression calculations resulted in the characteristic values shown in Table 3.

A comparison of the results shows that the regression coefficients for the asphalt mix are more uniform than those for the reclaimed asphalt. The slope of the straight line is 0.99 on average, so that the individual characteristic values essentially differ only by an offset on the y-axis.

Table 3: Results of the regression calculation (linear regression) on the bitumen characteristics after extraction/recovery with trichloroethene (TRI) and with tetrachloroethene (PER) separately for asphalt granulate and for asphalt mixes

	Asphaltgranulat			Asphaltmischgut		
	a	b	R ²	a	b	R ²
EP RuK	0,95	3,55	0,95	1,03	-1,74	0,99
elast. Rückstellung	1,00	-2,41	0,87	0,91	3,96	0,90
T _{BTSV} (15 kPa)	0,96	3,29	0,93	1,03	-2,12	0,98
δ _{BTSV} (15 kPa)	0,34	49,58	0,53	1,00	-0,10	0,99
T _{BTSV} (50 kPa)	0,91	6,01	0,91	1,03	-1,70	0,99
δ _{BTSV} (50 kPa)	0,85	10,45	0,90	0,99	0,20	0,99
R	0,88	4,80	0,88	0,98	0,23	0,95
J	1,01	0,00	0,87	0,95	0,01	0,89
T _{PT}	kein ausreichender Datenumfang					

Basically, it can be stated that the results for all binder properties after extraction with trichloroethene (TRI) and with tetrachloroethene (PER) correlate very well and therefore nothing stands in the way of replacing trichloroethene.

Illustration of the differences in the asphalt composition after the extractions with the different solvents

For the evaluation of the asphalt tests with tetrachloroethene (PER), it is also important how the extraction affects the composition of the asphalt in terms of binder content, proportion of grains over 2 mm, sand proportion and filler content. Figure 3 shows an overview of the results averaged over all asphalts.

The results for the binder content deviate on average by 0.1 wt.%, with a maximum value of 0.3 wt.% for the investigation of reclaimed asphalt. Since the reclaimed asphalt proved to be more critical throughout, this data was disregarded when calculating the mean value.

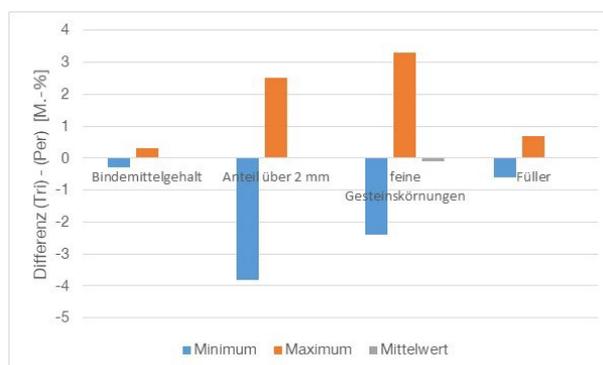


Figure 3: Results of the differences from the extractions with trichloroethene (TRI) and with tetrachloroethene (PER) averaged over the asphalts

Basically, it can be stated that the results of the extractions with the two solvents are always within the reproducibility of the TP Asphalt-StB. Based on the composition of the asphalts, it is therefore possible to switch to tetrachloroethene without any problems, as the findings from abroad have already shown.

Outlook

Based on the results obtained, the replacement of trichloroethene (TRI) by tetrachloroethene (PER) is possible without any loss of quality in the test. Thus, the entire contract could be converted to testing with tetrachloroethene (PER). However, it is imperative that the precision of the testing procedures be determined in advance in a separate project.

The following findings emerge from the investigations:

- There is a correlation between the equivalent viscosity temperature at $G^* = 15$ kPa and the softening point ring and ball for bitumens. For polymer modified bitumens there is no correlation.
- Regarding the elastic recovery, the recovery in the MSCRT could be used for the recovered binders, for fresh binders further investigations are needed.
- Basically, it can be stated that the results for all binder properties after extraction with trichloroethene (TRI) and with tetrachloroethene (PER) correlate very well (coefficients of determination above 0.9) and therefore nothing stands in the way of replacing trichloroethene.
- The tolerance ranges of the ZTV Asphalt-StB may have to be slightly adjusted.
- The results of the extractions with the two solvents are always within the reproducibility of the TP Asphalt-StB.