

# Prozessoptimierung der Asphaltextraktion mit Oktansäuremethylester (OME)

Berichte der  
Bundesanstalt für Straßenwesen

Straßenbau Heft S 154

**bast**

# Prozessoptimierung der Asphaltextraktion mit Oktansäuremethylester (OME)

von

Stephan Büchler  
Michael P. Wistuba

Technische Universität Braunschweig  
Institut für Straßenwesen (ISBS)

**Berichte der  
Bundesanstalt für Straßenwesen**

**Straßenbau Heft S 154**

**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 Kommunikation.

Die Hefte der Schriftenreihe **Berichte der Bundesanstalt für Straßenwesen** können direkt bei der Carl Ed. Schünemann KG, 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 Kommunikation.

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

## Impressum

**Bericht zum Forschungsprojekt 07.0289**  
Prozessoptimierung der Asphaltextraktion mit Oktansäuremethylester (OME)

**Fachbetreuung**  
Franz Bommert

**Referat**  
Asphaltbauweisen

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

**Redaktion**  
Stabsstelle Presse und Kommunikation

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

ISSN 0943-9323  
ISBN 978-3-95606-600-9

Bergisch Gladbach, August 2021

## Kurzfassung – Abstract

### **Prozessoptimierung der Asphaltextraktion mit Oktansäuremethylester (OME)**

Das in Deutschland übliche Standardlösemittel Trichlorethylen (Tri) für die Bindemittelextraktion aus Asphaltmischgut darf aufgrund seiner krebserregenden Wirkung nur noch bis 2023 verwendet werden. Als alternatives Lösemittel wird das Pflanzenölester Octansäuremethylester (OME) als potenziell geeignet angesehen. In dem vorliegenden Forschungsprojekt wird das Vorgehen der automatischen Bindemittelextraktion soweit verbessert, dass OME mit vertretbarem Aufwand und ohne Gefährdung der Anwender angewandt werden kann.

Dazu wird zunächst die Destillationsprozedur soweit optimiert, dass bei Überprüfung mittels Gaschromatografie mit Massenspektrometrie-Kopplung (GCMS) kein nachweisbarer Anteil OME im Bitumen verbleibt. Als Resultat ergeben sich zwei Destillationsphasen, ähnlich dem Vorgehen mit Tri, jedoch bei deutlich höheren Temperaturen (110 und 190 °C) und reduzierten Drücken (20 und 5 hPa). Polymermodifizierte Bitumen weisen gegenüber den mit Tri destillierten Bitumen nachweisbare Abweichungen der Ergebnisse im höheren Temperaturbereich auf. Mit einfachen Methoden kann nachgewiesen werden, dass OME einige Polymere stärker als Tri verändert und damit deren rheologische Eigenschaften beeinflusst.

In einem weiteren Schritt wird über Modifikationen im Programmablauf einer automatischen Extraktionsanlage eine minimale Extraktionsdauer angestrebt. Die jeweiligen Modifikationen werden bzgl. Korngrößenverteilung und Bindemittelgehalt überprüft. Mit einer erhöhten Waschtemperatur (100 °C) und verkürzten Waschgängen kann eine Reduzierung der Extraktionsdauer erreicht werden. Diese kann mit dem untersuchten Asphaltmischgut der Sorte AC 11 D S von ca. 150 auf ca. 115 Minuten reduziert werden. Die Untersuchung weiterer Asphaltarten ergibt eine Abhängigkeit von der Probenmenge, so dass die Dauer von 120 Minuten (AC 32 T S) bis 60 Minuten (SMA 8 S) variiert. Zur Beschleunigung wird außerdem empfohlen, vor Arbeitsbeginn einen automatisch startenden Nulldurchlauf durchzuführen. Weiterhin werden konstruktive Veränderungen empfohlen, um z. B. Fülleranteile besser auszuspülen.

Zeitgleich mit der Optimierung der Extraktionsdauer wird die chemische Stabilität des OME überprüft. Auch nach 130 Extraktionsvorgängen kann mittels GCMS keine wesentliche Änderungen in der Zusammensetzung festgestellt werden.

Bezüglich der Arbeitssicherheit wird eine einfache Gefährdungsanalyse durchgeführt, welche ergibt, dass ähnliche Schutzmaßnahmen, wie auch beim Umgang mit Tri, eingehalten werden müssen. In den Regelwerken wäre im Wesentlichen die Rückgewinnung des Bindemittels mittels Rotationsverdampfer zu ergänzen.

Es ist festzuhalten, dass mit OME als Lösemittel Asphaltmischgut schneller als bisher analysiert und OME rückstandsfrei aus dem Bitumen destilliert werden kann. Die Extraktionsdauern reichen allerdings nicht an die Zeiten einer Extraktion mit Tri heran, so dass in der Praxis mit unpraktikabel langen Extraktionszeiten zu rechnen ist. Eine Gefährdung der Anwender kann unter Beachtung der Arbeitssicherheit nach bisherigem Stand des Wissens ausgeschlossen werden.

### **Optimizing binder extraction for solvent octanoic acid methyl ester (OME)**

In Germany the standard solvent used for binder extraction from bituminous mixtures is trichlorethylene (Tri), but it may only be used until 2023 due to its carcinogenic effects. As an alternative solvent, the octanoic acid methyl ester (in German: Octansäuremethylester – OME) was considered suitable. In the research project presented here, the procedure of automatic binder extraction is optimized in a way that OME can be applied with reasonable effort and without endangering the user.

For this purpose, the distillation procedure is optimized that a verification by gas chromatography with mass spectrometry coupling (GCMS) will detect no remaining residue of OME in the distilled bitumen. As a result a two staged program – similar to the program using Tri – is established but at significantly higher temperatures (110 and 190 °C) and reduced pressures (20 and 5 hPa). Compared to the tri distilled binder, polymer-modified binder shows significant differences in the test results. Simple methods demonstrate that OME affects



some polymers more strongly than Tri and thus changes their rheological properties.

In a further step, a minimum extraction duration is investigated through modifications in the program sequence of an automatic extraction enclosure verified by particle size distribution and binder content. To achieve a reduced duration an increased washing temperature (100 °C) and shortened washing cycles is needed. The reduction is investigated using an asphalt mixture AC 11 and results in a decrease from approx. 150 to approx. 115 minutes. Using the extraction sequence for other types of asphalt mixture, a dependency on the amount of the samples can be shown. The duration varies from 120 minutes (AC 32) to 60 minutes (SMA 8). It is also recommended to carry out an automatically starting empty-run before start of work, to get an operational machine. Furthermore constructive changes are recommended, e.g. to better flush out filler parts.

While executing the optimization of the duration for extraction, the chemical stability of OME is checked. Even after 130 extraction procedures, no significant chemical changes can be detected by GCMS.

With regard to safety of work, simple German hazard analysis is carried out, which shows that similar protective arrangements are recommended, as using Tri. If OME shall be used in Germany, only the German standards for recovery of binder have to be changed by means of a rotary evaporator.

This project results in a faster procedure using OME as a solvent for binder extraction from bituminous mixtures than before and without residues of OME in the remaining binder. But the duration for extraction with OME still exceeds the duration of extraction with Tri. Considering the safety of work, no risks to the user can be detected by now.

## Summary

### Optimizing binder extraction for solvent octanoid acid methyl ester (OME)

## 1 Introduction

In Germany the standard solvent for binder extraction from bituminous mixtures is trichlorethylene (Tri). But Tri was added to the authorization list (Annex XIV) of REACH, including an expiration date of 36 months (21 April 2016), after which Tri may no longer be delivered or used, unless an authorization has been granted. The Dow Chemical Company (DOW) and Safechem Europe GmbH (subsidiary of DOW) subsequently submitted an application to the European Chemicals Agency (EChA) for the authorization of Tri as solvent for extraction of binder for asphalt analysis. This authorization was confirmed in October 2014 and is valid until 2023. (SÄCKER & TÄUBE, 2015).

For further determination of asphalt mixture properties like binder content, particle size distribution or properties of the recovered binder, an alternative solvent had to be found. In consequence WEINGART & KRÜGER (2012) tested 15 different, potentially harmless vegetable oil esters, various types of biodiesel and other alternative solvents, as well as cleaning agents on their dissolving power on bitumen. The vegetable oil ester of octanoic acid methyl ester (German: Octansäuremethylester – OME) proved to be a suitable solvent. This is a carboxylic acid ester with the molecular formula  $C_9H_{18}O_2$ , which is low volatile, has a high flash point and no health risk.

Based on these findings, the applicability of OME during the extraction process and the influence of the solvent on the resulting binder properties and handling in the laboratory were examined by ALISOV & WISTUBA (2015). The suitability of OME for the binder extraction from asphalt mixture was confirmed, however, the resulting binder properties showed significant differences to those after application of Tri. Furthermore the solvent-specific properties led to a significantly longer duration in the automatic extraction enclosure. Both features would lead to considerable time and economic constraints in contractual application. So, the

research project presented here will investigate a practicable procedure using the solvent OME in the context of control tests and factory production controls with timely reasonable effort and without endangering the user.

Based on the results of ALISOV & WISTUBA (2015) an optimization of the automatic extraction regarding the duration and an optimization of the distillation is carried out. Furthermore, chemical stability, occupational safety and possible changes in the German specifications are considered. Thus, the research program is divided into the five work packages:

- WP 1: Minimization of residual OME in binder after distillation,
- WP 2: Minimization of the duration of the extraction procedure,
- WP 3: Chemical stability of the solvent OME,
- WP 4: Occupational safety and
- WP 5: Changes in national specifications

The respective procedures and the results achieved are presented in the following chapters.

## 2 Minimization of residual OME in binder after distillation

The quantitative detection of OME residues in the binder are investigated with reference mixtures of 50 g plain binder pen grade 50/70 and 300 g OME. Both are placed in a distillation flask and mixed at 80 °C for a period of 15 min in a rotary evaporator. Subsequently, the two-stage distillation took place.

To evaluate the distillation conditions, the remaining binder is tested by means of ring and ball softening point, binder fast characterization test (BTSV) and gas chromatography with mass spectrometry coupling (GCMS).

The following distillation conditions are systematically varied:

- a) extension of the second distillation stage from 11 minutes to 22, 33, 60 and to 120 minutes,
- b) increasing the oil bath temperature in the second distillation stage from 160 °C to 170, 180, 190 and to 210 °C,

- c) insulation of the transfer pipe or heating of the pipe at the rotary evaporator,
- d) use of different foam brakes before the transfer pipe,
- e) reducing the sample amount to 37.5 g and 25 g instead of 50 g,
- f) reduction of the flask size to 500 ml and 250 ml instead of 750 ml and
- g) reduction of the immersion depth in three stages.

The increase in the oil bath temperature and the longer duration of distillation time, in each case in the second distillation stage, proves to be effective. All other variants are not or only partially effective.

In particular, combinations of the increased oil bath temperature with a longer duration are able to distil further portions of OME. Figure 1 shows the results of the GCMS, the peak area/bitumen quantity, especially the variants o2 to o7 with the lowest proportion of residing OME. Above 190 °C for oil bath temperature no residues of OME can be found in the remaining bitumen.

With this optimized distillation procedure, no residue of OME can be detected by GCMS, testing German binders of pen grades 30/45, 25/55/55 A and 40/100/65 A. The optimized distillation procedure is presented in table 1 next to the distillation conditions when using trichlorethylene (Tri) and using the previous method for OME.

Furthermore, all binder are tested after distillation with conventional (ring and ball softening point, needle penetration, elastic recovery) and rheological test methods (binder fast characterization test BTVS, dynamic shear rheometer: T-sweep and MSCR test, bending beam rheometer, Force ductility). Plain binder, will achieve results, comparable to those after distillation with trichlorethylene, while polymer modified binder achieve differences in the high temperature range. Simple methods show that OME affects some polymers (trichlorethylene also affects polymers) and thus changes their rheological properties. Other additives weren't affected. Thus, especially using high modified binder, altered rheological properties have to be considered.

Stages of Distillation		Tri	OME previous	OME optimized
1. Stage	Temperature	90 °C	110 °C	110 °C
	Pressure	400 hPa	20 hPa	20 hPa
	Duration	~ 50 min	~ 25 min	~ 25 min
2. Stage	Temperature	160 °C	160 °C	190 °C
	Pressure	20 hPa	5 hPa	5 hPa
	Duration	10 min	11 min	33 min
Duration	~ 60 min	~ 36 min	~ 58 min	

Tab. 1: Distillation procedure of binder/solvent mixtures for the solvents trichlorethylene (Tri) and octanoic acid methyl ester (OME) fur previous and optimized procedure

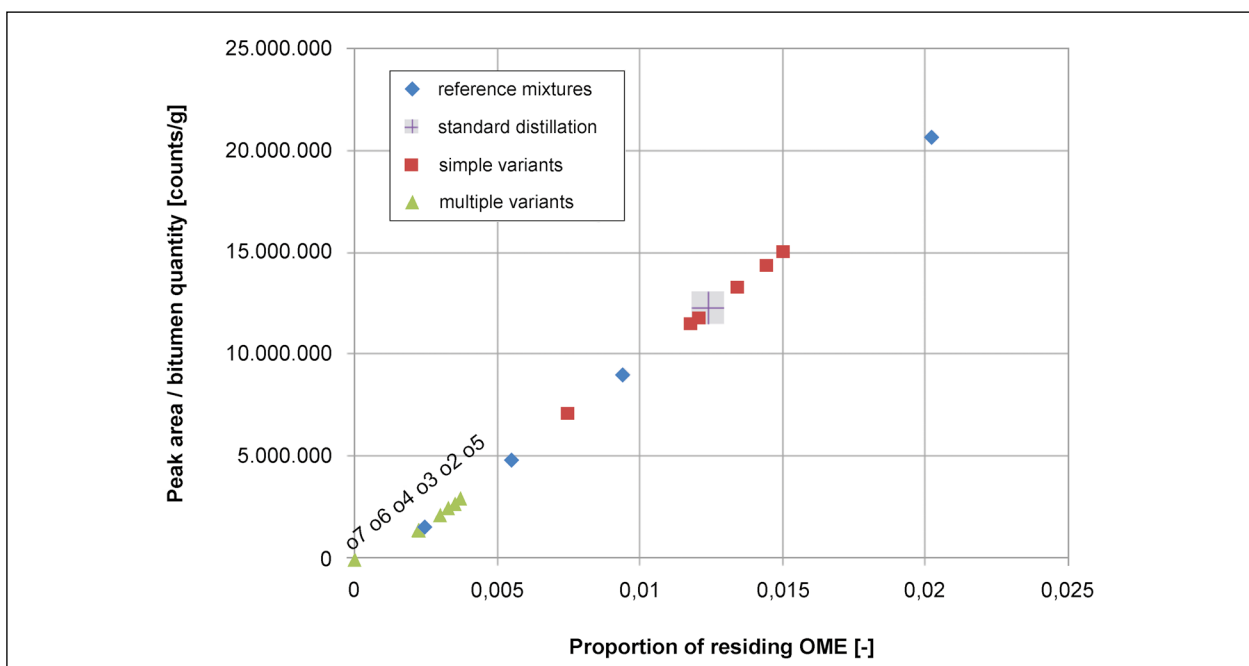


Fig. 1: Results of GCMS, remaining fraction of OME in binder under variation of selected distillation conditions

### 3 Minimization of the duration of the extraction procedure

To optimize the duration of the extraction procedure, a laboratory-produced asphalt mixture AC 11 with a plain binder of pen grade 50/70 was used. A fixed duration of the extraction procedure cannot be specified for the automatic asphalt analyzer used here. The system uses internal sensors which only enable the next program step after specific conditions, so that variations in duration can reach up to 40 minutes.

Furthermore, the program steps include a preparation phase in which the distillation tower is heated. This process needs up to 20 minutes and could be fastened to about 3 minutes by an automatically starting empty-run to get a an operational machine at start of work. The Duration for extraction takes approx. 167 minutes with a cold start and approx. 150 minutes after a warm start.

Basis for the optimization process are the extraction conditions of ALISOV & WISTUBA (2015), which are optimized in the following points:

- a) preheating the sample material and reducing the washing time,
- b) drying of the aggregate outside the extraction enclosure,
- c) improving the drying conditions to reach a shorter drying time,

- d) increase the washing temperature to reduce washing time and
- e) pre-dissolving the sample and reducing the washing time.

To verify the extraction methods, the soluble binder content (calculated by difference and by recovery method) and the particle size distribution (relevant categories) are used. Figure 2 shows the modified extraction enclosure used in this project.

Preheating the asphalt mixture to 80 °C or warm delivered material provides no time advantage. The significant factor is the reduction in the number or duration of washing cycles whose results (particle size distribution, binder content) will not be affected by the temperature of preheating. Drying outside the washing chamber is advantageous for single samples. Thus, the binder content (using the difference method) and particle size distribution can be determined quickly. Since the binder/solvent mixture is distilled within the drying stage, a shortened drying stage results in a large amount of this remaining mixture. The mixture must be distilled either inside the machine or outside, so in every case, the complete extraction process needs more time than planned. This distillation process also relates to the shortening of the drying stage, which is possible in principle, but results in a large amount of bitumen/solvent mixture. The increase of washing temperature has proven to be effective and allows a faster washing cycle. In contrast, prior dissolving of



Fig. 2: Automatic extraction enclosure, suitable for the solvent OME at ISBS, with closed (left) and open (right) doors

the sample failed to reduce extraction time. Due to the dissolved binder/filler phase, this mixture ran slowly from the washing chamber into the centrifuge, so the internal sensor blocked the next step and effectively more time was needed than before.

The combination of the examined parameters finally leads to the extraction procedure listed in table 2.

The determination of the binder content shows that the difference method often results in a higher binder content, as determined by the recovery method. The reason is a missing filler content of one to two grams. This part remains in the back of the washing chamber and in the tube to the centrifuge. It will be flushed out with the next extraction process. So it is recommended to modify the analyzer constructively, to avoid these residues.

The verification of the extraction conditions, given in table 2, with Asphalt mixtures AC 32, AC 16, SMA 8

Proceeding/Parameters	Extraction procedure	
	previous	optimized
Preparation of samples	-	-
Washing temperature	80 °C	100 °C
Number and duration of washing cycles	5 à 10 minutes	5 à 5 minutes
Duration of drying stage	60 minutes	50 minutes
Mean duration of extraction	150 minutes	115 minutes

Tab. 2: Essential parameters for the previous and the optimal extraction procedure for the investigated AC 11

and PA 8 show that the duration of the drying stage (resp. internal pre-distillation) must be varied as a function of the sample mass. Since the AC 32 has the largest sample mass, the duration for drying must be increased to 60 minutes. For AC 16 this duration can be reduced to 40 minutes. For the asphalt mixtures SMA 8 and PA 8 it can be reduced to 20 minutes. The critical factors are to take out a dry aggregate mixture and to get an amount of 300 – 500 ml of the pre-distilled binder/solvent mixture. The washing cycles are not affected. For PA 8, as already mentioned for the distillation, the reaction with the polymers must be taken into account. For a MA 11 no shortening for the duration of extraction can be found. The modifications of the extraction enclosure requires a new procedure for the extraction of mastic asphalt.

## 4 Chemical stability of the solvent OME

Chemical stability is checked during optimization of extraction procedure in WP 2. Every 10 extraction processes a sample is taken and selected samples are analyzed by GCMS. Even after 130 extraction processes no significant changes in chemical composition can be detected. In figure 3 all abundances of a GCMS test are shown, for pure OME (number 5) and the by-products after 130 extractions. In summary all by-products will reach

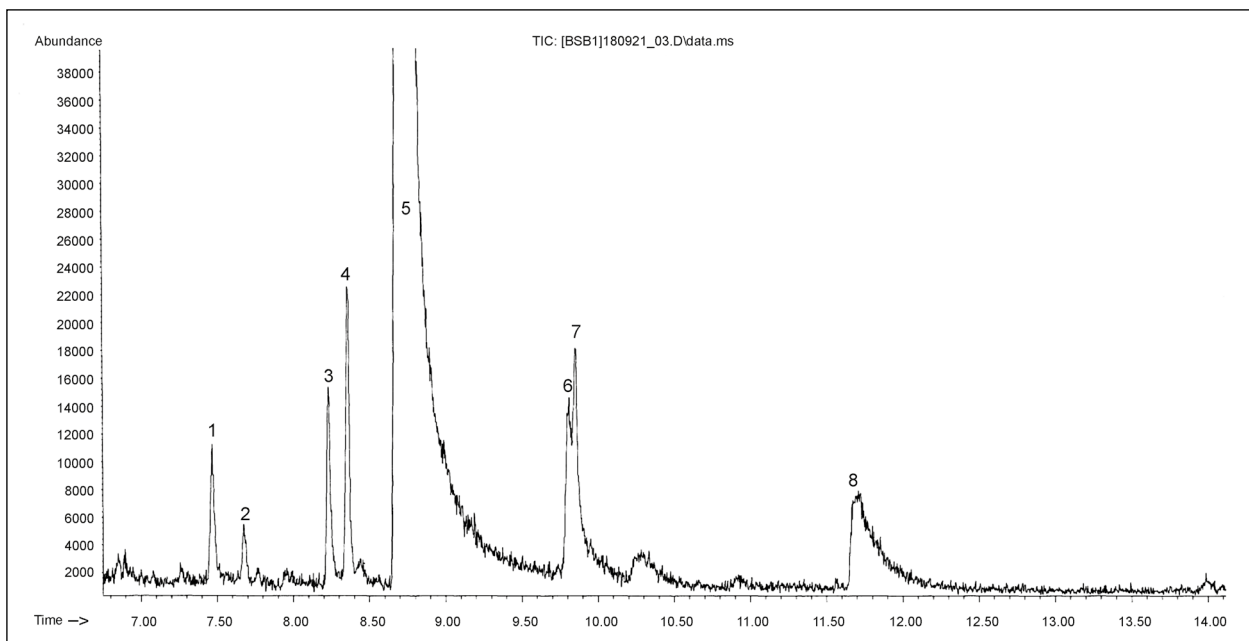


Fig. 3: Results of GCMS for OME after 130 extraction processes

an amount of < 0.4%. Only insignificant and non-systematic changes of these proportions are observed.

## 5 Occupational safety

Simple German hazard analysis (GefStoffV, 2017) is carried out to estimate the safety at work. The analysis indicates OME as a hazardous substance, but with a very low hazard potential. In result similar protective arrangements have to be taken as using trichlorethylene. The most critical factor is the odor nuisance of coconut. In addition to the personal protective equipment PSA work with OME should generally take place under a extractor hood and for transport/storage closed systems should be used. For safety at work an information sheet with necessary arrangements is worked out.

## 6 Changes in national specifications

Changes in the German specifications mainly concern TP Asphalt-StB, Part 3, Binder Recovery – Rotary Evaporator (FGSV, 2007). The distillation procedure, mentioned in WP 1, should be inserted. Within the ZTV Asphalt-StB 07/13 some threshold values for the ring and ball softening point could be adapted (binder pen grade 40/100-65 or asphalt mixture with viscosity-modifying additives).

## 7 Summary and further suggestions

Within this project the use of octanoic acid methyl ester (OME) as solvent for binder extraction from bituminous mixtures is optimized in a way that a faster extraction than before is possible and OME can be distilled out of the binder without residue. The duration of extraction time (120 to 60 minutes) does not reach the times for extraction with trichlorethylene of below 60 minutes. Considering the safety of work, no risk to the user was detected up to now.

Some suggestions and problems still need to be clarified:

- Since OME has a lower density than trichlorethylene, the filler from the washing chamber is not flushed optimally into the centrifuge. This could be improved by a larger inclination of the washing chamber and a larger slope for the tube leading into the centrifuge.
- OME affects some polymers more than trichlorethylene. This phenomenon has to be analyzed further with regard to the extraction/distillation.
- Extraction of mastic asphalt currently takes a long time. A further reduction should be investigated.
- Formally, the insoluble fraction in the aggregate mixture would have to be determined by analysing many types of asphalt mixtures. In addition, the precision of the process in accordance with German specifications TP Asphalt-StB, Part 3 or Part 1 would have to be determined by means of an interlaboratory test.



## Inhalt

<b>1</b>	<b>Bedeutung und Ziel des Forschungsprojekts</b> . . . . .	13	4.1.6	Zusammenfassung . . . . .	43
<b>2</b>	<b>Stand der Technik</b> . . . . .	14	4.2	Optimierung der Extraktionsdauer . . . . .	43
<b>3</b>	<b>Vorgehensweise</b> . . . . .	17	4.2.1	Modifikation am Asphaltanalysator . . . . .	43
3.1	Verwendete Materialien und Baustoffkomponenten . . . . .	17	4.2.2	Lösemittel . . . . .	45
3.2	Optimierungs- und Prüfplan . . . . .	17	4.2.3	Asphaltmischgut . . . . .	46
3.2.1	Optimierung der Destillationsbedingungen mit OME . . . . .	18	4.2.4	Ergebnisse der Extraktionen . . . . .	46
3.2.2	Optimierung der Extraktionsdauer mit OME . . . . .	20	4.3	Beurteilung der chemischen Stabilität des Lösemittels OME . . . . .	69
3.2.3	Beurteilung der chemischen Stabilität des Lösemittels OME . . . . .	23	4.4	Beurteilung Arbeitsschutz . . . . .	73
3.3	Beurteilung Arbeitsschutz . . . . .	23	4.4.1	Gefährdungsanalyse . . . . .	74
3.4	Erstellung von Prüfvorschriften . . . . .	24	<b>5</b>	<b>Änderungen im Technischen Regelwerk</b> . . . . .	82
3.5	Vorbereitung von Vergleichsuntersuchungen . . . . .	24	5.1	TP Asphalt-StB, Teil 1, Bindemittelgehalt . . . . .	82
3.6	Mathematische Instrumentarien zur Auswertung der Ergebnisse . . . . .	24	5.2	TP Asphalt-StB, Teil 2, Korngrößenverteilung . . . . .	83
3.6.1	Einfacher Varianzvergleich . . . . .	24	5.3	TP Asphalt-StB, Teil 3, Rückgewinnung des Bindemittels . . . . .	83
3.6.2	Einfacher Mittelwertvergleich . . . . .	25	5.4	ZTV Asphalt-StB 07/13 . . . . .	85
3.6.3	Multiple Varianzanalyse . . . . .	25	<b>6</b>	<b>Zusammenfassung</b> . . . . .	85
3.6.4	Varianzanalyse der zweifachen Klassifikation . . . . .	28	<b>Literatur</b> . . . . .	88	
<b>4</b>	<b>Darstellung der Ergebnisse</b> . . . . .	28	<b>Bilder</b> . . . . .	90	
4.1	Optimierung der Destillationsbedingungen mit OME . . . . .	28	<b>Tabellen</b> . . . . .	92	
4.1.1	Quantitativer Nachweis von OME-Rückständen im Bitumen . . . . .	28	Die Anhänge zum Bericht sind im elektronischen BAST-Archiv ELBA unter <a href="https://bast.opus.hbz-nrw.de">https://bast.opus.hbz-nrw.de</a> abrufbar.		
4.1.2	Ergebnisse unterschiedlicher Destillationsbedingungen . . . . .	30			
4.1.3	Ergebnisse der GCMS unterschiedlicher Destillationsbedingungen . . . . .	36			
4.1.4	Ergebnisse aus vollständigen Bitumenprüfungen . . . . .	38			
4.1.5	Löslichkeit von Additiven . . . . .	41			





## 1 Bedeutung und Ziel des Forschungsprojekts

Als Standardlösemittel für die Bindemittelextraktion aus Asphaltmischgut wird in Deutschland derzeit Trichlorethylen (Tri) verwendet.

Tri wurde am 18.06.2010 in die Kandidatenliste der besonders besorgniserregenden Stoffe (substances of very high concern, SVHC) der Europäischen Chemikalienverordnung REACH aufgenommen. Seit 21. April 2013 steht es rechtswirksam in der Autorisierungsliste (Anhang XIV) der REACH (Registration, Evaluation, Authorisation and Restriction of Chemicals). Dies beinhaltete einen Ablauftermin nach 36 Monaten (21. April 2016), nach dem Tri nicht mehr geliefert oder verwendet werden darf, es sei denn, hierzu wurde eine Zulassung erteilt. Die Dow Chemical Company (DOW) und die Safechem Europe GmbH (Tochter der DOW) stellten daraufhin bei der Europäischen Chemikalienagentur (EChA) einen Antrag auf Zulassung von Tri als Extraktionslösemittel für Bitumen in der Asphalt-Analyse (TÄUBE, 2013). Dieser Antrag wurde im Oktober 2014 bestätigt und ist bis zum Jahr 2023 autorisiert. Ein weiterer Antrag zur Nutzung von Tri nach diesem Datum wird nicht als erfolversprechend angesehen (SÄCKER & TÄUBE, 2015).

Um die primären Asphalteeigenschaften Bindemittelgehalt, Korngrößenverteilung und Eigenschaften des rückgewonnenen Bitumens zielsicher zu bestimmen, muss ein alternatives Lösemittel gefunden werden. Andernfalls bestünde derzeit keine Möglichkeit, die Asphaltzusammensetzung im Routinebetrieb zu überprüfen.

Im Auftrag des Deutschen Asphaltinstitutes (DAI) e. V. wurde im Jahr 2010 die „Entwicklung eines Verfahrens zur Bindemittelrückgewinnung nach Asphaltextraktion mit alternativen Lösemitteln aus nachwachsenden Rohstoffen“ als Forschungsauftrag vergeben. Dabei wurden von WEINGART & KRÜGER (2012) 15 verschiedene, potenziell ungefährliche 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 Gefahrstoffverordnung und Chemikaliengesetz und praktisch ungiftig sind. Ergebnis dieser Untersuchungen war,

dass die Biodieselsorten kein gutes Lösevermögen zeigten, hingegen aber die alternativen Lösemittel, darunter Buttersäureethylester und Essigsäurebutylester. Der Nachteil dieser Stoffe ist, dass sie leicht entzündlich sind. Mit einem Lösevermögen von 99,8 % nach 15 min Einwirkzeit erwies sich das Pflanzenölester Caprylsäuremethylester (auch Octansäuremethylester, OME) als ein potenziell geeignetes Lösemittel.

OME 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 (siehe WEINGART & KRÜGER, 2012). Aufgrund des guten Lösevermögens, wurden weitere Versuche mit OME durchgeführt. Dazu zählten zum einen die Rückgewinnung des Bitumens nach Extraktion durch Destillation des Lösemittels und zum anderen einfache Bindemittelprüfungen am rückgewonnenem Bindemittel. Es wurden die Kennwerte Restlösemittelgehalt, Erweichungspunkt Ring und Kugel, Brechpunkt nach Fraaß und Elastische Rückstellung überprüft und Vergleichsuntersuchungen mit Tri durchgeführt. Als Ergebnis wurde festgehalten, dass OME eine Alternative zum Tri darstellt, da die Abweichungen zwischen dem Ausgangsbitumen und dem rückgewonnenen Bitumen schwach ausgeprägt waren.

In der Folge wurde im Jahr 2013 vom Bundesministerium für Verkehr und digitale Infrastruktur das Forschungsprojekt FE 07.0272/2013/ARB „Bitumenextraktion aus Asphalt mit dem nachwachsenden Rohstoff Kokosester (Octansäuremethylester)“ initiiert, mit dem Ziel die Anwendbarkeit von OME bei der Extraktion sowie den Einfluss des Lösemittels auf die resultierenden Bindemittelleigenschaften und die Handhabung im Labor zu prüfen. Das Forschungsprojekt wurde am Institut für Straßenwesen der Technischen Universität Braunschweig (ISBS) innerhalb von 2 Jahren abgewickelt und die Ergebnisse in ALISOV & WISTUBA (2015) dokumentiert. Hierbei wurde die grundsätzliche Eignung von OME für die Bindemittelextraktion aus Asphaltmischgut bestätigt, jedoch zeigten sich die resultierenden Bindemittelleigenschaften einerseits nicht direkt vergleichbar mit denen nach Anwendung von Tri und andererseits führten die lösemittelspezifischen Eigenschaften zu einer deutlich längeren Verweildauer der Baustoffkomponenten in der automatisierten Extraktionsanlage. Beide Besonderheiten würden bei einer baupraktischen Anwendung zu erheblichen zeitlichen und wirtschaftlichen Zwängen führen, sodass eine bauvertragliche Abwicklung stark

beeinträchtigt wäre. Wenngleich unter Anwendung von OME bei der Bindemittlextraktion die Zusammensetzung des Asphaltmischguts sicher bestimmt werden kann, muss ein solches Verfahren auch den Bedürfnissen der Baupraxis gerecht werden, weshalb weitere Forschung und Entwicklung als notwendig angesehen wurden und das Forschungsprojekt FE 07.0289 ERB „Prozessoptimierung der Asphaltextraktion mit Oktansäuremethylester (OME)“ initialisiert und zur Durchführung an das ISBS vergeben wurde.

Ziel dieses Forschungsprojektes ist die Bereitstellung einer praxistauglichen Vorgehensweise, mit der das Lösemittel Octansäuremethylester (OME) im Rahmen von Kontrollprüfungen und werkseigenen Produktionskontrollen mit wirtschaftlich vertretbarem Aufwand und ohne Gefährdung der Anwender eingesetzt werden kann.

Defizite bestehen zum Zeitpunkt des Projektstarts in den Details der technischen Anwendbarkeit. Insbesondere die längeren Extraktionsdauern, die vollständige Rückgewinnung des Lösemittels aus dem Bitumen und die Vergleichbarkeit der physikalischen Bindemittleigenschaften stellen für die Anwendbarkeit von OME in der Baupraxis große Hürden da. Nur wenn der Extraktionsprozess in vergleichbarer Zeit und die Bindemittleigenschaften mit gleicher Präzision wie bisher mit Tri bestimmt werden können, kann das Lösemittel OME flächendeckend in Deutschland angewendet werden. Dazu müssen die chemisch-physikalischen Vorgänge bei der Bindemittlextraktion und der Bindemittelnrückgewinnung besser verstanden, optimiert und notwendige Änderungen im technischen Regelwerk herausgearbeitet werden.

## 2 Stand der Technik

Wesentliches Ziel dieses Forschungsprojektes ist die Erarbeitung einer Vorgehensweise, mit der das Lösemittel Octansäuremethylester (OME) (z. B. im Rahmen von Kontrollprüfungen) mit vertretbarem Aufwand eingesetzt werden kann. In vorangegangenen Forschungsprojekten wurden dazu bereits grundlegende Erkenntnisse gewonnen.

In einem Forschungsprojekt im Auftrag des Deutschen Asphaltinstitutes (DAI) e. V. wurde die „Entwicklung eines Verfahrens zur Bindemittelnrückgewinnung nach Asphaltextraktion mit alternativen Lö-

semitteln aus nachwachsenden Rohstoffen“ bearbeitet (WEINGART & KRÜGER, 2012). Dabei wurden 15 verschiedene Pflanzenölester, verschiedene Biodieselsorten und andere alternative Lösemittel, sowie Reinigungsmittel auf ihr Lösevermögen auf Bitumen getestet. Im Rahmen dieses Projektes wurde auch das Pflanzenölester Caprylsäuremethylester (oder auch Octansäuremethylester) untersucht und als alternatives Lösemittel favorisiert.

Organische Lösemittel bestehen aus einem Grundgerüst verbundener Kohlenstoffatome, die nach außen hin mit Wasserstoffatomen besetzt sind (-CH<sub>2</sub>-Ketten), wie in (RAHIMIAN & ZENKE, 1986) beschrieben.

Die Löslichkeit wird durch Ringschlüsse der -CH<sub>2</sub>-Ketten zu sogenannten Cyclo-Alkanen erhöht. Wird zusätzlich eine Doppelbindung in das Ringsystem eingeführt, erhält man Naphthenaromate und schließlich aromatische Ringsysteme, die ein hohes Lösungsvermögen des Bitumens zeigen. Das Löseverhalten gegenüber Bitumen wird durch Einführung von halogenierten Kohlenwasserstoffe (z. B. Chlor) weiter erhöht, wogegen weitere Sauerstoffmoleküle (-OH bzw. -COOH) das Lösevermögen verringern.

Bei der Betrachtung der Strukturformel von Trichlorethylen (Tri, C<sub>2</sub>HCl<sub>3</sub>) in Bild 1 (links) kann erkannt werden, dass Tri mittig zwei Kohlenstoffatome (C) besitzt, welche neben einem Wasserstoffatom (H) mit Chloratomen (Cl) verbunden sind. damit liegt zwar keine ausgeprägte CH<sub>2</sub>-Kette vor, jedoch die Anwesenheit der Chloratome sorgt für eine gutes Löseverhalten. In der Strukturformel von OME (C<sub>9</sub>H<sub>18</sub>O<sub>2</sub>) in Bild 1 (rechts) kann eine CH<sub>2</sub>-Kette (6-fach) mit abschließenden CH<sub>3</sub>-Molekülen erkannt werden, in der zusätzlich zwei Sauerstoffatome (O) gebunden sind. Gemäß den Grundlagen von RAHIMIAN & ZENKE (1986) sollte OME allein aufgrund seiner chemischen Formel Bitumen schlechter lösen als Tri.

Nach der Favorisierung des Lösemittels OME durch WEINGART & KRÜGER (2012) wurde durch das Bundesministerium für Verkehr und digitale Infra-

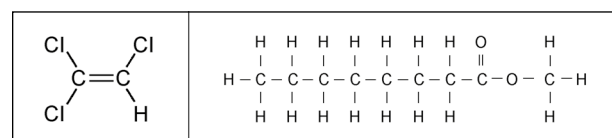


Bild 1: Strukturformeln von Trichlorethylen (Tri) C<sub>2</sub>HCl<sub>3</sub> (links) und Octansäuremethylester (OME) C<sub>9</sub>H<sub>18</sub>O<sub>2</sub> (rechts)

struktur über die Bundesanstalt für Straßenwesen das Projekt 07/249/2013/ARB „Bitumenextraktion aus Asphalt mit dem nachwachsenden Rohstoff Kokosester (Octansäuremethylester)“ am ISBS bearbeitet und 2015 abgeschlossen (ALISOV & WISTUBA, 2015). Daraus kann festgehalten werden:

- Octansäuremethylester (OME) ist ein nach derzeitigem Kenntnisstand weitestgehend ungefährlicher bitumenlösender Pflanzenölester mit einem charakteristischen Geruch nach Kokos (daher auch Kokosester genannt). Ab einer Temperatur von ca. 245 °C sind die Lösemitteldämpfe bei Sauerstoffkontakt spontan entflammbar (und daher unbedingt zu vermeiden). 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.
- Die manuelle Heißextraktion mittels OME führt nicht zum Ziel. Die Extraktion ist unbedingt in einer geschlossenen Anlage unter definierten Prüfabläufen durchzuführen.
- In den Ergebnissen von Mischgutanalysen zeigen sich unter Anwendung von OME im Ver-

gleich zu Ergebnissen unter Anwendung von Tri als Lösemittel keine signifikanten Unterschiede. Sowohl der ermittelte Bindemittelgehalt als auch der Fülleranteil sind unter Anwendung der beiden Lösemittel weitestgehend gleich zu bewerten.

- In dem an die Extraktion anschließenden Prozess der Bindemittelrückgewinnung mittels Destillation wurde ein im Asphaltlabor üblicher Rotationsverdampfer eingesetzt und der Destillationsprozess optimiert. Es war jedoch nicht möglich, das gesamte Lösemittel von der Bitumenphase zu trennen, weshalb geringe Lösemittelreste im Bitumen verblieben. Darum wurden weiterführende Untersuchungen angeregt.

In Tabelle 1 sind die von ALISOV & WISTUBA (2015) angewandten Geräteparameter der verwendeten Extraktionsanlage Asphaltanalysator Verte der Firma infratest Prüftechnik GmbH, Brackenheim-Botenheim für die automatisierte Extraktion mit OME als Lösemittel aufgeführt. Es wird differenziert nach Parametern für Walzasphaltnischgut und Gussasphalt. Dieser Parameter-Satz wird im Folgenden als Standard bezeichnet, welcher im Rahmen dieses Projekts verbessert wird.

PNr	Parameter	Einheit	Walzasphalt	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_Sumpfunten) >= 3003 für Wechsel von Aktiv --> Ber	°C	5	5
3601	Entnahme Wartezeit	sec	20	20
3604	Autom. Entnahmezeit	sec	270	270
3607	Nach Entn. 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	-	1 x LWg	5 x LWg
5002	2. Programmschritt	-	5 x Spl	5 x LWg
5003	3. Programmschritt	-	1 x LWg	5 x Spl

Tab. 1: Standard-Parametersatz für die automatisierte Extraktion mit OME als Lösemittel (ALISOV & WISTUBA, 2015)

PNr	Parameter	Einheit	Walzasphalt	Gussasphalt
5004	4. Programmschritt	-	5 x Spl	5 x Spl
5005	5. Programmschritt	-	1 x LWg	5 x LWg
5006	6. Programmschritt	-	5 x Spl	5 x Spl
5007	7. Programmschritt	-	1 x LWg	5 x Wg
5008	8. Programmschritt	-	5 x Spl	5 x Spl
5009	9. Programmschritt	-	1 x AWg	2 x AWg
9402	Standard Temperatur Zentrifuge	°C	140	140

Tab. 1: Fortsetzung

<b>Extraktionsvorgang</b>	
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 Zentrifugenbeckens
6	Einbringen des Zentrifugenbeckens 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>Probenentnahme</b>	
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 Zentrifugenbeckens
5	Entnehmen des verbleibenden Füllers aus Waschkammer und Zugabe in Zentrifugenbecher (z. B. durch Ausbürsten)
6	Erneute Bestimmung der Masse des Zentrifugenbeckens
<b>Destillation</b>	
1	Kolben an Rotationsverdampfer anhängen
2	Druck stufenweise auf 20 mbar verringern
3	Kolben in das auf $110 \pm 5$ °C temperierte Ölbad absenken
4	Lösemittel ca. 20 – 30 min abdestillieren (bis keine wesentlichen Mengen mehr übergehen)
5	Druck stufenweise auf $5 \pm 1$ mbar verringern
6	Ölbadtemperatur auf $160 \pm 5$ °C erhöhen
7	Nach Erreichen von 160 °C Zustand für $11 \pm 1$ min halten
8	Druck stufenweise auf Atmosphärendruck erhöhen
9	Kolben abhängen, von außen reinigen und Bestimmen der Masse
<b>Prüfungen an rückgewonnenen Materialien</b>	
1	Am rückgewonnenen Bitumen können weitere Eigenschaften bestimmt werden
2	Die Korngrößenverteilung der rückgewonnenen Gesteinskörnung (ohne ausgewaschenen Fülleranteil) ist gemäß TP Asphalt-StB Teil 2 zu bestimmen.

Tab. 2: Vorgaben von ALISOV &amp; WISTUBA (2015) für die Extraktion und Rückgewinnung von Bindemittel aus Asphaltmischgut mit OME als Lösemittel als Ausgangspunkt für dieses Projekt

In Tabelle 2 sind die von ALISOV & WISTUBA gewählten Teilschritte für die Extraktion und Rückgewinnung von Bitumen aus Asphaltmischgut angegeben. Die Vorgaben sind so gereiht, dass sie als Ablaufplan zu verwenden sind. Auch dieser Ablauf wird im Folgenden als Standard bezeichnet, der in diesem Projekt verbessert wird.

Basierend auf den Ergebnissen von ALISOV & WISTUBA (2015) soll eine kürzere Extraktionszeit und Verbesserung der Destillation erreicht werden. Dies wird im Folgenden unter Optimierung verstanden (nicht im Sinne des mathematischen Optimierungsbegriffes, der die Polbestimmung des Sattelpunktes einer Funktion beschreibt).

### 3 Vorgehensweise

Zur Bearbeitung des Forschungsprojektes sind folgende Arbeitsschritte vorgesehen:

1. Optimierung der Destillationsbedingungen mit OME,
2. Optimierung der Extraktionsdauer mit OME,
3. Beurteilung der chemischen Stabilität von OME,
4. Beurteilung des Arbeitsschutzes im Umgang mit OME und
5. Erstellung von Prüfvorschriften und Vorbereitung von Vergleichsuntersuchungen.

Im Folgenden werden die einzelnen Arbeitsschritte sowie die dafür benötigten Materialien näher beschrieben.

#### 3.1 Verwendete Materialien und Baustoffkomponenten

Für die verbesserte Bindemittelrückgewinnung (Punkt 1) werden praxisübliche Bitumensorten eingesetzt. Sind die verbesserten Bedingungen für ein Straßenbaubitumen 50/70 der Firma Total Bitumen Deutschland GmbH festgelegt, wird eine Verifikation an Straßenbaubitumen 30/45 sowie an polymermodifizierten Bitumen 25/55-55 A und 40/100-65 A durchgeführt (alle von Total Bitumen Deutschland GmbH).

Für die Optimierung der Extraktionsdauer (Punkt 2) werden übliche Asphaltarten und -sorten beschafft,

Asphalt-sorter	Bitumen-sorter	Zusatz	Vergleichs-untersuchung
SMA 8 S	25/55-55 A	-	X
PA 8	40/100-65 A	-	
MA 11 S	20/30	viskositäts-absenkend	
AC 11 D S	50/70	-	
AC 16 B S	25/55-55 A	Ausbau-asphalt	X
AC 32 T S	50/70	Ausbau-asphalt	X

Tab. 3: Für die Optimierung der Extraktion vorgesehene Asphaltarten und -sorten

gemäß Tabelle 1. So wird eine große Bandbreite bzgl. Korngröße, Bindemittelarten und -sorten, Sonderbindemitteln (Modifizierung mit Wachs) und Einsatz von Ausbauasphalt erreicht.

Die Herstellung des Asphaltmischguts erfolgt im großtechnischen Maßstab in der Asphaltmischanlage, mit Ausnahme der Asphaltmischgutvariante AC 11 D S mit 50/70. Diese wird gezielt im Labor zusammengesetzt und hergestellt. Von den 6 Varianten sind 3 Asphaltmischgutvarianten in solch einer ausreichenden Menge beschafft, dass diese im Anschluss an das Forschungsprojekt für eine Vergleichsuntersuchung mit mindestens 10 Teilnehmern zur Verfügung stehen.

Als Lösemittel steht Octansäuremethylester (OME) mit einem Reinheitsgrad von 99,5 % zur Verfügung. Als herkömmliches Lösemittel für vergleichende Betrachtungen wird Trichlorethylen (Tri) eingesetzt.

#### 3.2 Optimierungs- und Prüfplan

Ziel der Optimierungsvorgänge ist:

1. eine möglichst rückstandsfreie Destillation des Lösemittels,
2. eine Beschleunigung des gesamten Extraktionsvorgangs und
3. eine Beurteilung der chemischen Stabilität des Lösemittels.

Die Bearbeitung dieser Punkte erfolgt in zwei Schritten, wobei die Beurteilung der chemischen Stabilität im zweiten Schritt integriert ist.

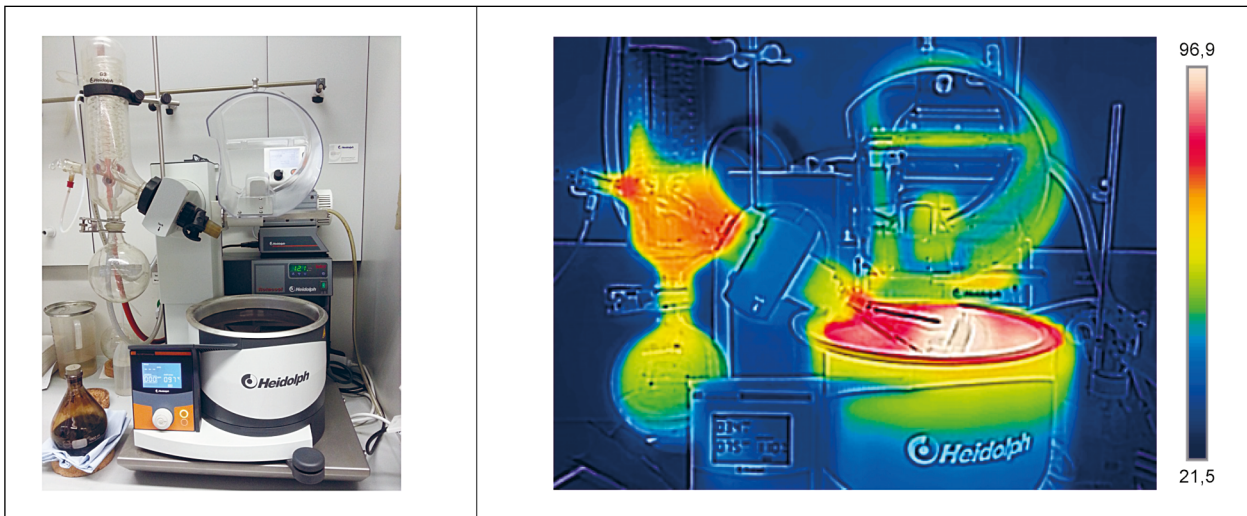


Bild 2: Am ISBS eingesetzter Rotationsverdampfer zur Rückdestillation des Lösemittels OME – Foto (links) und Infrarotaufnahme (rechts)

### 3.2.1 Optimierung der Destillationsbedingungen mit OME

Die Bindemittelrückgewinnung beschreibt jenen Prozess, bei dem das nach der Extraktion im Bitumen verbliebene Lösemittel herausdestilliert wird (Bild 2). Bereits sehr geringe Lösemittelreste können die resultierenden Bindemittleigenschaften erheblich beeinträchtigen.

Bei der Bindemittelrückgewinnung wurde von ALLSOV & WISTUBA (2015) beobachtet, dass die Lösemitteldämpfe zu einem Teil im Dampfüberführungsrohr des Rotationsverdampfers kondensieren und zurück in den Destillationskolben laufen. Wenn möglich soll dieser Rückfluss durch eine Anpassung der Destillationsbedingungen systematisch reduziert und damit die Destillationsgüte erhöht und soweit möglich die Destillationsdauer reduziert werden.

Zu diesem Zweck wird für alle Varianten ein einheitliches Gemisch aus Bindemittel und Lösemittel im gleichen Verhältnis hergestellt:

- 50 g Straßenbaubitumen 50/70 und
- 300 g ( $\approx$  337 ml) OME.

Beide Materialien werden in einen Destillationskolben gegeben und bei 80 °C für eine Dauer von 15 min im Rotationsverdampfer bei Atmosphärendruck rotierend vermischt. Anschließend wird direkt die zweistufige Destillation angeschlossen.

Die Standard-Destillationsbedingungen aus Tabelle 2 werden wie folgt variiert:

#### a) Verlängerung der Destillationsdauer

Die Destillationsdauer ist entscheidend für die Menge des in die Gasphase übergehenden Stoffanteils, welcher am Durchlaufkühler kondensiert und in den Glaskolben abtropft. In der ersten Destillationsstufe erfolgt dies so lange, wie sichtbar Lösemitteldämpfe zum Kühler übergehen und abtropfen (ca. 20 min). Während der zweiten Destillationsstufe ist der Übergang kaum sichtbar. Die Dauer der zweiten Destillationsstufe ist zunächst mit  $11 \pm 1$  min vorgegeben. Die Dauer der zweiten Destillationsstufe wird schrittweise auf  $22 \pm 1$  min und  $33 \pm 1$  min verlängert, teilweise auch bis zu 60 min und 120 min.

#### b) Erhöhung der Ölbadtemperatur

Der Siedepunkt einer Flüssigkeit wird maßgeblich über den Druck und die Temperatur beeinflusst. Der als Standard geforderte Unterdruck von  $5 \pm 1$  mbar liegt an der unteren Grenze dessen, was in Asphaltlaboren übliche Vakuumpumpen im Rotationsverdampfer erreichen können, sodass eine weitere Reduzierung des Unterdruckes nicht vorgesehen ist. Daher wird die Temperatur der zweiten Destillationsstufe erhöht, von  $160 \pm 5$  °C (Standard) auf  $170 \pm 5$  °C und  $180 \pm 5$  °C. Eine zu hohe Temperatur kann bereits das Bitumen schädigen bzw. dazu führen, dass neben den Lösemitteldämpfen auch flüchtige Bestandteile aus dem Bitumen entweichen. Dies wird im weiteren Verlauf des Projekts mittels Temperaturen  $> 180$  °C ebenfalls überprüft.

#### c) Erwärmung des Überführungsrohrs

Die Kondensation der Lösemitteldämpfe am Überführungsrohr des Rotationsverdampfers bzw. am

oberen Rand des Destillationskolbens ist eine Folge der im Vergleich zum Ölbad bereits deutlich geringeren Temperatur. Eine Erwärmung des Überführungsrohrs könnte diesen Vorgang weiter in Richtung Durchlaufkühler verschieben. Um die Temperatur des Überführungsrohrs zu erhöhen, werden in einem ersten Schritt die von außen erreichbaren Bestandteile des Rotationsverdampfers isoliert. In einem zweiten Schritt wird dieser Bereich aktiv durch Wärmezufuhr von außen, durch Einsatz eines gezielten Luftstroms, erwärmt.

#### d) Auffangen des Kondensationsrücklaufs

Einige Gerätehersteller bieten Zwischenstücke (Schaumbremsen) zwischen Überführungsrohr und Destillationskolben an. Deren primäre Funktion liegt darin, im Falle eines übermäßigen Schäumens der Probe während der Destillation den Übergang des Schaumes in den Auffangbehälter des Lösemittels zu verhindern. Diese Zwischenstücke fangen anschließend rücklaufende Flüssigkeiten auf. Der Einsatz solcher Zwischenstücke wird hier erprobt.

#### e) Reduzierung der Probenmenge

Durch die Menge des Bindemittel-Lösegemisches wird die sich ergebende Filmdicke bei der Rotation des Glaskolbens bestimmt. Je geringer die Filmdicke ist, desto größer ist die für die Destillation wirksame Fläche bzw. das Volumen. Die Menge des Bindemittel-Lösemittel-Gemisches wird in zwei Stufen reduziert, von einer Füllung mit 100 % (50 g + 300 g) auf 75 % = (37,5 g + 225 g) und auf 50 % = (25 g + 150 g).

#### f) Reduzierung der Kolbengröße

Eine Reduzierung der Größe des Destillationskolbens bewirkt eine Reduzierung der nicht temperierten und somit kühleren Fläche während der Destillation. Der Lösemittelrücklauf sollte dadurch verringert werden. Da der derzeit verwendete Destillationskolben ein Volumen von 1.000 ml aufweist, werden zusätzliche Destillationskolben mit einem Volumen von 500 ml und 250 ml erprobt. Die dabei verwendete Menge des Bindemittel-Lösemittel-Gemisches wird auf die Kolbengröße angepasst und beträgt 175 g bzw. 97 g.

#### g) Eintauchtiefe des Destillationskolbens in das Ölbad

Je weniger der Destillationskolben während der Destillation vom heißen Öl umgeben ist, desto größer ist die nicht temperierte Oberfläche des Kol-

bens. Die Füllmenge des Ölbad beeinflusst daher maßgeblich die Menge des zu destillierenden Lösemittels. Da die Eintauchtiefe technisch nicht verändert werden kann, wird die Füllmenge des Ölbad in 3 Stufen variiert: maximal,  $\frac{3}{4}$  Füllhöhe und  $\frac{1}{2}$  Füllhöhe.

Als Vergleich zu den oben genannten Variationen wird das Frischbindemittel sowie mittels Tri rückgewonnenes Bindemittel untersucht. Abschließend wird mit der als optimal erachteten Destillationsbedingung eine weitere Probe des Straßenbaubitumens 50/70 sowie Proben mit Straßenbaubitumen 30/45, polymermodifiziertem Bitumen 25/55-55 A und polymermodifiziertem Bitumen 40/100-65 A untersucht.

An den im Optimierungsprozess rückgewonnenen Bitumen werden folgende Prüfungen durchgeführt:

- Erweichungspunkt Ring und Kugel (EP Ruk) gemäß DIN EN 1427,
- Bitumen-Typisierungs-Schnell-Verfahren gemäß AL DSR-Prüfung (BTSV) bzw. DIN 52050 und
- Gaschromatografie mit Massenspektrometrie-Kopplung (GCMS).

Da die GCMS sowohl zeit- als auch kostenintensiv ist, wird sie nur an ausgewählten Proben, mindestens von 9 Varianten durchgeführt. Die GCMS kann neben einer qualitativen auch eine quantitative Aussage über den Restgehalt an OME im Bindemittel geben. Dazu werden spezielle Mischungen mit äußerst geringem Anteil an OME hergestellt und mittels GCMS untersucht. Die so erhaltenen Ergebnisse dienen als Bewertungsmaßstab für eine quantitative Aussage an den rückgewonnenen Bitumen.

An den letztlich zu vergleichenden vier Varianten Frischbitumen, Rückgewinnung mit Tri, Standardvorgehen mit OME und optimiertes Vorgehen mit OME werden weitere Bitumenprüfungen durchgeführt:

- Nadelpenetration (Pen) gemäß DIN EN 1426,
- DSR-Analytik gemäß DIN EN 14770 und AL DSR-Prüfung (T-Sweep) im Temperaturbereich von 30 bis 90 °C bei einer Frequenz von 1,59 Hz,
- BBR-Analytik gemäß DIN EN 14771, Bestimmung von T(S = 300 MPa) und T(m = 0,3)
- KD-Analytik bei T = 10 °C gemäß DIN EN 13589,



Prüfung Variante	EP RuK	BTSV	GCMS	Nadelpenetration	DSR-Analytik	BBR-Analytik	KD-Analytik	Elast. Rückstellung	MSCR-Test
Frischbitumen 50/70	X	X	-	X	X	X	X	-	-
Destillation mit Tri	X	X	-	X	X	X	X	-	-
Standardvorgehen mit OME	X	X	X	X	X	X	X	-	-
a1 – Dauer 22 min	X	X	X	-	-	-	-	-	-
a2 – Dauer 33 min	X	X	X	-	-	-	-	-	-
b1 – Ölbad-Temp. 170 °C	X	X	X	-	-	-	-	-	-
b2 – Ölbad-Temp. 180 °C	X	X	X	-	-	-	-	-	-
c1 – Isolierung	X	X	X	-	-	-	-	-	-
c2 – Wärmestrom	X	X	X	-	-	-	-	-	-
d1 – Kondensationsrücklauf	X	X	X	-	-	-	-	-	-
e1 – Probemenge 37,5 g	X	X	X	-	-	-	-	-	-
e2 – Probemenge 25 g	X	X	X	-	-	-	-	-	-
f1 – Kolbengröße 500 ml	X	X	X	-	-	-	-	-	-
f2 – Kolbengröße 250 ml	X	X	X	-	-	-	-	-	-
g1 – Eintauchtiefe 3/4	X	X	X	-	-	-	-	-	-
g2 – Eintauchtiefe 1/2	X	X	X	-	-	-	-	-	-
Optimiertes Verfahren 50/70	X	X	X	X	X	X	X	-	-
Frischbitumen 30/45	X	X	X	X	X	X	X	-	-
Destillation mit Tri, 30/45	X	X	X	X	X	X	X	-	-
Optimiertes Verfahren 30/45	X	X	X	X	X	X	X	-	-
Frischbitumen 25/55-55 A	X	X	X	X	X	X	X	X	X
Destillation mit Tri, 25/55-55 A	X	X	X	X	X	X	X	X	X
Optimiertes Verfahren 25/55-55 A	X	X	X	X	X	X	X	X	X
Frischbitumen 40/100-65 A	X	X	X	X	X	X	X	X	X
Destillation mit Tri, 40/100-65 A	X	X	X	X	X	X	X	X	X
Optimiertes Verfahren 40/100-65 A	X	X	X	X	X	X	X	X	X

Tab. 4: Prüfmatrix der geplanten Bindemittelprüfungen zur Bewertung der variierten Destillationsparameter

- Elastische Rückstellung (EL) gemäß DIN EN 13398, bei PmB und
- Multiple Stress Creep and Recovery Test (MSCRT) gemäß AL MSCR-Prüfung, bei PmB.

Eine Übersicht zum Prüfprogramm und zu den Destillationsbedingungen kann Tabelle 4 entnommen werden.

Alle Varianten werden mindestens 2-fach belegt, sodass sich  $22 \times 2 = 44$  Destillationen und 48 Bitumenproben je Prüfverfahren ergeben. Es sind noch

weitere Varianten zur Optimierung nötig, wie in Kapitel 4.1 beschrieben.

### 3.2.2 Optimierung der Extraktionsdauer mit OME

Von ALISOV & WISTUBA (2015) wurden Parameter für eine vollautomatische Extraktionsanlage (Bild 3) festgelegt, die sicherstellen, dass der gesamte lösliche Anteil des Bitumens aus dem Asphaltmischgut gespült wird. Eine Optimierung hinsichtlich einer



Bild 3: Vollautomatische Extraktionsanlage mit OME als Lösemittel am ISBS – links mit geschlossenen und rechts mit geöffneten Türen

möglichst geringen Extraktionsdauer wurde dabei nicht vorgenommen.

Basierend auf den Standard-Extraktionsparametern aus Tabelle 1 werden verschiedene Ansätze zur Reduktion der Extraktionsdauer validiert. Diese Optimierung erfolgt an einem Referenzmischgut AC 11 D S mit 50/70. Es werden variiert:

#### a) Vorwärmen des Asphaltmischguts

Die Löslichkeit von Bitumen hängt maßgeblich von der Temperatur ab. Wird das Probenmaterial kalt in die Extraktionsanlage gegeben, ist zunächst eine längere Verweildauer in der Waschkammer notwendig, um das Probenmaterial auf ca. 80 °C zu erwärmen. Weist die Probe bereits bei Einbringung in die Waschkammer eine höhere Temperatur auf, sollte sich die Verweildauer in der Waschkammer deutlich reduzieren lassen. Daher wird das Probenmaterial auf 40 °C, 60 °C und 80 °C vorgewärmt und die Waschkammer zunächst von 5 Waschgängen (Standard) auf 4, 3 und 2 Waschgänge reduziert. Als Ausschlusskriterium werden signifikante Änderungen in der Bestimmung der Asphaltmischgutzusammensetzung angesehen oder sichtbare Bitumenrückstände an der Gesteinskörnung.

#### b) Trocknung der Gesteinskörnung außerhalb der Extraktionsanlage

Nach Abschluss der Extraktion erfolgt die Trocknung der Gesteinskörnung derzeit für 60 min in der Extraktionsanlage bei Unterdruck. In dieser Zeit ist

die Extraktionsanlage für weitere Analysen blockiert. Würde die Gesteinskörnung außerhalb der Extraktionsanlage getrocknet, könnte der Probenumsatz wesentlich gesteigert werden. Es wird daher dem Ansatz nachgegangen, die Gesteinskörnung nach Abschluss der Extraktion in einem separaten Trockenschrank zu trocknen. Dafür wird die Waschkammer mit dem Großteil der Gesteinskörnung, der Schleuderröhre mit Teilfüller und der Füller vom Boden der Waschkammer in den Trockenschrank überführt und die zur Trocknung benötigte Zeit ermittelt.

#### c) Verbesserung der Trocknungsbedingungen

Das druck- und temperaturabhängige Siedeverhalten des Lösemittels OME kann bei der Trocknung der Gesteinskörnung ausgenutzt werden. Dafür wird in zwei Schritten die Trocknungstemperatur von den Standardwerten 130 °C (Waschkammer oben) bzw. 160 °C (Waschkammer unten) jeweils um 10 °C und 20 °C auf 140 °C bzw. 170 °C und 150 °C bzw. 180 °C erhöht. Zusätzlich wird der Ein-/ und Ausschaltungspunkt für den Trocknungsdruck von 900/800 hPa auf 850/750 hPa und 800/700 hPa reduziert. Die Trocknungszeit wird dabei jeweils um 10 min reduziert, von 60 min auf 50 min bzw. 40 min.

#### d) Erhöhung der Waschkammer

Die temperaturabhängige Löslichkeit von Bitumen kann während des Waschvorgangs zur Zeiterspar-

nis ausgenutzt werden. Daher wird die Waschtemperatur in zwei Schritten von 80 °C (Standard) auf 90 °C und 100 °C erhöht und die Waschdauer eines Waschganges von 10 min (Standard) auf 8 min bzw. 6 min reduziert.

#### e) Anlösen der Bindemittelphase

Durch eine vorgeschaltete Lagerung der Asphaltmischgutprobe im Lösemittel kann möglicherweise die Waschdauer in der Extraktionsanlage reduziert werden. Dazu werden die Asphaltmischgutproben in ein Weithalspyknometer gegeben und zunächst bei 20 °C oder 80 °C in einem Wärmeschrank temperiert. Anschließend werden 300 g OME eingefüllt (ebenfalls vorgewärmt) und die Proben 2 min, 4 min oder 6 min auf einem Flaschenrollgerät angelöst. Danach werden die Proben mittels Einfüllwanne in die Extraktionsanlage überführt.

Der Erfolg der angepassten Extraktionsbedingungen wird anhand des Zeitgewinns bei gleichbleibender, resultierender Zusammensetzung gemessen. Bedenkenlose Anpassungen mit Zeitersparnis werden anschließend kombiniert und ergeben die optimierten Extraktionsvorgaben in Abhängigkeit der Asphaltmischgutsorte bzw. des nominellen Größtkorns der Asphaltmischgutprobe.

Die optimierten Extraktionsvorgaben werden an weiteren 5 Asphaltmischgutsorten (siehe Kapitel 3.1) validiert und den Ergebnissen nach konventioneller Extraktion mit Trichlorethylen gegenübergestellt.

Die resultierenden Bindemittleigenschaften werden in Analogie zu Kapitel 3.2.1 bestimmt und vergleichend bewertet.

Zur statistischen Absicherung erfolgt jeweils eine mindestens 3-fache Bestimmung der Prüfergebnisse. In Tabelle 5 sind alle Varianten und Prüfungen zusammengestellt.

Gemäß Tabelle 5 sind für die Optimierung der Extraktionsbedingungen mindestens  $3 \times 36 = 108$  Extraktionen erforderlich. In Kapitel 4.2 werden weitere, notwendige Varianten überprüft.

Nr.	Variante (Basis: AC 11 D S mit 50/70)
1	Extraktion mit Tri
2	Basisvorgehen mit OME
3	a1 – Vorwärmen 40 °C, 4 Waschgänge
4	a1 – Vorwärmen 40 °C, 3 Waschgänge
5	a1 – Vorwärmen 40 °C, 2 Waschgänge
6	a2 – Vorwärmen 60 °C, 4 Waschgänge
7	a2 – Vorwärmen 60 °C, 3 Waschgänge
8	a2 – Vorwärmen 60 °C, 2 Waschgänge
9	a3 – Vorwärmen 80 °C, 4 Waschgänge
10	a3 – Vorwärmen 80 °C, 3 Waschgänge
11	a3 – Vorwärmen 80 °C, 2 Waschgänge
12	b1 – Trocknen außerhalb, Wärmeschrank
13	b2 – Trocknen außerhalb, Frischluft-Wärmeschrank
14	c1 – Trocknung 140 °C, -50 hPa, -10 min
15	c2 – Trocknung 140 °C, -100 hPa, -20 min
16	c3 – Trocknung 150 °C, -50 hPa, -10 min
17	c4 – Trocknung 150 °C, -100 hPa, -20 min
18	d1 – Waschttemperatur 90 °C, Waschgang 8 min
19	d2 – Waschttemperatur 100 °C, Waschgang 6 min
20	e1 – Anlösen 2 min, 20 °C, 8min
21	e2 – Anlösen 2 min, 80 °C, 6 min
22	e3 – Anlösen 4 min, 20 °C, 7 min
23	e4 – Anlösen 4 min, 80 °C, 5 min
24	e5 – Anlösen 6 min, 20 °C, 6 min
25	e6 – Anlösen 6 min, 80 °C, 4 min
26	Optimiertes Verfahren
27	SMA 8 S, optimierte Extraktion mit OME
28	SMA 8 S, Extraktion mit Tri
29	PA 8, optimierte Extraktion mit OME
30	PA 8, Extraktion mit Tri
31	MA 11 S, optimierte Extraktion mit OME
32	MA 11 S, Extraktion mit Tri
33	AC 16 B S, optimierte Extraktion mit OME
34	AC 16 B S, Extraktion mit Tri
35	AC 32 T S, optimierte Extraktion mit OME
36	AC 32 T S, Extraktion mit Tri

Tab. 5: Prüfmatrix zur Analyse der zu optimierenden Extraktionsparameter

### 3.2.3 Beurteilung der chemischen Stabilität des Lösemittels OME

Die chemische Stabilität des Lösemittels OME nach Bitumenextraktion aus Asphaltmischgut ist derzeit nicht bestimmt. ALISOV & WISTUBA (2015) führten Untersuchungen mittels GCMS-Analyse durch, die darauf schließen lassen, dass eine 10-fache Anwendung des Lösemittels zu keinen wesentlichen chemischen Veränderungen führt. Dies ist hier zu verifizieren.

Da im Rahmen dieses Forschungsprojektes eine Vielzahl von Extraktions- und Destillationsvorgängen vorgesehen sind, wird die Beurteilung der chemischen Stabilität mit der Optimierung der Extraktionsdauer kombiniert.

Dazu wird die am ISBS vorhandene Extraktionsanlage baulich verändert. Üblicherweise wird das für die Extraktion benötigte Lösemittel aus einem Vorratsbehälter angesaugt, durchläuft die Washkammer und die Zentrifuge, wird im Destillationsturm rückdestilliert und wieder in den Vorratsbehälter zurückgepumpt (siehe Bild 4, links).

Nach Umrüstung wird das für die Extraktion benötigte Lösemittel aus einem externen Tank angesaugt. Das intern rückgewonnene (destillierte) Lösemittel wird, wie zuvor, dem Vorratsbehälter zugeführt.

Mit dieser Konfiguration sollte sichergestellt werden, dass die Verwendungszyklen des Lösemittels kontrolliert und das Lösemittel nach jeder beliebigen Anzahl von Extraktionsvorgängen analysiert werden kann.

Nach ersten Tests mit diesem Kreislauf, wurde dieses Vorgehen jedoch wieder verworfen. Über eine Wägung des externen Tanks während eines Extraktions-

durchlaufs wurde die benötigte Menge für einen Standard-Durchlauf zu ~15 Liter OME ermittelt. Das Fassungsvermögen des Vorratsbehälters (intern) und des externen Tanks beträgt ca. 25 Liter. Mit dieser Konfiguration müsste nach jedem Extraktionsdurchlauf der Vorratsbehälter abgepumpt (in einen Zwischentank) und der externe Tank wieder aufgefüllt werden. Dieses Vorgehen ist äußerst ineffizient. Daher wird weiterhin mit dem internem Kreislauf gearbeitet und alle 10 Extraktionen eine Probe entnommen und eine Auswahl (mindestens 4 Proben) daraus analysiert.

Sofern sich der Reinheitsgrad des Lösemittels über die Verwendungszyklen ändert, werden chemische Nebenprodukte im Lösemittel erkennbar. In Abhängigkeit der chemischen Nebenprodukte wird eine Methodik vorgeschlagen, diese möglichst einfach, d. h. ohne aufwendige GCMS-Analyse nachzuweisen.

### 3.3 Beurteilung Arbeitsschutz

ALISOV & WISTUBA (2015) vermuteten, dass das Lösemittel OME aus toxikologischer Sicht unbedenklich ist. Das vermutlich größte Problem beim Umgang mit OME ist der penetrante Eigengeruch. Die Wahrnehmung durch OME-Lösemitteldämpfe im Labor ist stark subjektiv.

Weitere Einschränkungen wurden infolge der hohen Siedetemperatur und der geringen Verdunstung bei Raumtemperatur beobachtet. An Laborgeräten befindliche Lösemittelrückstände bleiben als Schmierfilm erhalten und erfordern besondere Aufmerksamkeit des Laborpersonals. Es wurden von ALISOV & WISTUBA (2015) Empfehlungen für Arbeitsschutzmaßnahmen definiert, die auch bei diesem Forschungsprojekt Anwendung finden.

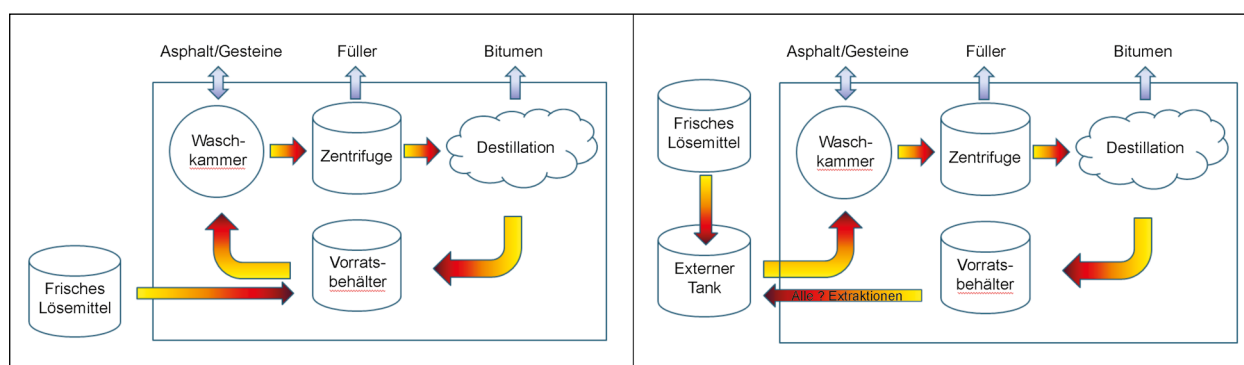


Bild 4: Prinzip des Lösemittelkreislaufes innerhalb der vollautomatische Extraktionsanlage (links) und mit gezielten Umläufen des Lösemittels (rechts)

Der Arbeitsschutz wird im Rahmen des Projekts laufend mit der Stabsstelle für Arbeitssicherheit und Gesundheitsvorsorge der TU Braunschweig und dem Betriebsarzt der TU Braunschweig abgestimmt. Weiterhin wird die für die Technische Universität Braunschweig zuständige Landesunfallkasse kontaktiert sowie Gespräche mit dem Bundesamt für Arbeitsschutz und Arbeitsmedizin, Fachbereich 4 „Gefahrstoffe und biologische Arbeitsstoffe“, Gruppe 4.2 „Medizinischer Arbeitsschutz, Biomonitoring“ geführt.

Basierend auf den Aussagen der kontaktierten Stellen werden Maßnahmen zum Schutz des Personals getroffen und dokumentiert.

Die gesammelten Erfahrungen und Erkenntnisse werden abschließend in einem Hinweispapier zusammengestellt.

### 3.4 Erstellung von Prüfvorschriften

Für eine eventuelle, routinemäßige Verwendung von OME als Lösemittel bei der Bindemittelextraktion aus Asphaltmischgut ist jedenfalls eine Anpassung des technischen Regewerks erforderlich. Insbesondere die nationalen Dokumente

- TP Asphalt-StB, Teil 1 (Bindemittelgehalt),
- TP Asphalt-StB, Teil 2 (Korngrößenverteilung),
- TP Asphalt-StB, Teil 3 (Rückgewinnung des Bindemittels – Rotationsverdampfer) und
- ZTV Asphalt-StB.

müssten ggf. geändert werden. In Kapitel 5 werden Vorschläge für notwendige Änderungen auf der Grundlage der gewonnenen Erkenntnisse unterbreitet, sodass die zielsichere Bestimmung der Asphaltmischgutzusammensetzung und der Bindemittelleigenschaften mit dem Lösemittel OME im Routinebetrieb erfolgen kann.

### 3.5 Vorbereitung von Vergleichsuntersuchungen

Diese Vorgaben bilden die Grundlage für eine an das Forschungsprojekt anschließende Vergleichsuntersuchung. Dazu werden mindestens 3 Asphaltmischgutvarianten aus Tabelle 3 für eine Vergleichsuntersuchung von 10 Teilnehmern vorgehalten.

## 3.6 Mathematische Instrumentarien zur Auswertung der Ergebnisse

Für die in dieser Forschungsarbeit experimentell ermittelten Messwerte liegen Rohdatensätze mit bis zu drei Einzelwerten je Teilkollektiv vor. Die Einzelwerte der Teilkollektive können folglich nicht mittels Testverteilungen auf das Vorhandensein von Ausreißern (abweichenden Messwerten) geprüft werden. Die Eliminierung ausreißerverdächtiger 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  $\sigma_a$  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  $d_a = 2,77 \cdot \sigma_a$  bei zwei Einzelbestimmungen,  
 $3,31 \cdot \sigma_a$  bei drei Einzelbestimmungen,  
 $3,63 \cdot \sigma_a$  bei vier Einzelbestimmungen,  
 $3,86 \cdot \sigma_a$  bei fünf Einzelbestimmungen.

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.

#### 3.6.1 Einfacher Varianzvergleich

Soll die Gleichheit der Varianzen zweier normalverteilter Datensätze überprüft werden, so wird nach SACHS (1984) zunächst die Null-Hypothese  $H_0$  aufgestellt, die Varianzen  $\sigma$  seien gleich:

$$H_0: \sigma_1^2 = \sigma_2^2. \quad (\text{Gl. 1})$$

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

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

bei einer angenommenen Irrtumswahrscheinlichkeit von  $\alpha = 0,05$  den für die Freiheitsgrade  $V1 = (n1 - 1)$  und  $V2 = (n2 - 1)$  (mit  $n1, n2 =$  Stichprobenumfang) in SACHS (1984) tabellierten Schwellenwert der F-Verteilung überschreitet. Dann wird die Alternativhypothese

$$H_A: \sigma_1^2 \neq \sigma_2^2 \tag{Gl. 3}$$

angenommen, das heißt, die Hypothese der Varianzhomogenität verworfen. Für die Berechnung der Testgröße  $\hat{F}$  wird z. B. die Stichprobe unter Anwendung von Trichlorethylen als Lösemittel mit  $S_1^2$  und die unter Anwendung von OME als Lösemittel als  $S_2^2$  bezeichnet.

**3.6.2 Einfacher Mittelwertvergleich**

Stellt sich die Aufgabe, über einen Mittelwertvergleich festzustellen, ob sich im statistischen Sinne die Mittelwerte zweier Messreihen mit den Anzahlen  $n_1$  und  $n_2$  der verträglichen Einzelwerte unterscheiden, so wird nach SACHS (1984) die Null-Hypothese  $H_0$  formuliert, dass die Mittelwerte  $\mu$  gleich seien, das heißt, die Differenz der Mittelwerte im statistischen Sinne gleich Null ist:

$$H_0: \mu_1 = \mu_2 \tag{Gl. 4}$$

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 6 angegeben.

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

$$H_A: \mu_1 \neq \mu_2 \tag{Gl. 5}$$

akzeptiert; das heißt, die Null-Hypothese auf Homogenität der Stichprobenmittelwerte wird abgelehnt.

Die Anwendung des einfachen Varianzvergleichs bzw. des einfachen Mittelwertvergleichs erfolgt bei vorliegen von drei Einzelwerten, die einen Mittelwert bilden. Dies ist durchgängig bei den hier zu ermittelnden Ergebnissen gegeben.

**3.6.3 Multiple Varianzanalyse**

Mithilfe multipler Varianzanalysen können die Einflüsse von zwei und mehr Faktoren auf die Gesamtvariabilität einer Merkmalsgröße und gleichzeitig die Wechselwirkungen zwischen den Faktoren erkannt und quantitativ ermittelt werden. Das Berechnungsprinzip besteht darin, die Faktoren so einzu-

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. 6: Vergleich zweier Mittelwerte von unabhängigen Stichproben aus normalverteilten Grundgesamtheiten nach SACHS (1984)

setzen, dass sich ihre Effekte und Wechselwirkungen sowie die Variabilität dieser Effekte messen, untereinander vergleichen und gegen die zufällige Variabilität abgrenzen lassen.

Gemäß der Klassifikation von EISENHART (1951) können zur Lösung von Problemen mit varianzanalytischen Methoden grundsätzlich drei Modelle unterschieden werden:

- Modell I mit festen Effekten, wobei die Stufen der Einflussfaktoren gezielt ausgewählt und festgelegt werden,
- Modell II mit zufälligen Effekten, wobei die Stufen der Einflussfaktoren auf Zufallsstichproben aus einer Grundgesamtheit beruhen sowie
- Modell III mit gemischten Effekten, wobei sich die Einflussfaktoren sowohl aus dem Modell I als auch aus dem Modell II ergeben.

Ferner unterscheidet man bei multiplen Varianzanalysen zwischen einer Kreuzklassifikation und einer hierarchischen Klassifikation. Bei der Kreuzklassifikation treten alle Stufen des einen Einflussfaktors in allen Stufen aller anderen Einflussfaktoren auf. Bei der hierarchischen Klassifikation hingegen treten alle Stufen einer Einflussgröße immer nur mit einer Stufe einer anderen Einflussgröße gemeinsam auf.

Die im Rahmen dieser Arbeit durchgeführten Versuche sind so angelegt, dass Varianzanalysen mit Kreuzklassifikation nach dem Modell I (mit festen Effekten) auf das vorliegende Datenmaterial angewendet werden können.

Zur Verdeutlichung dieser Methode wird eine Drei-Variablen-Klassifikation mit systematisch ausgewählten Stufen der drei Faktoren vorgestellt. Da die Variabilitätsanteile der einzelnen Einflüsse und ihre Wechselwirkungen an der Gesamtvarianz interessieren, werden die zu prüfenden Daten einer Merkmalsgröße zunächst in folgende Gruppen unterteilt:

Faktor A

mit den Stufen  $i = 1$  bis  $i = a$ ,  
wobei  $a$  Stufen in der Grundgesamtheit auftreten,

Faktor B

mit den Stufen  $j = 1$  bis  $j = b$ ,  
wobei  $b$  Stufen in der Grundgesamtheit auftreten,

Faktor C

mit den Stufen  $k = 1$  bis  $k = c$ ,  
wobei  $c$  Stufen in der Grundgesamtheit auftreten.

Da angenommen werden darf, dass durch die systematische Auswahl der Stufen  $a$ ,  $b$  und  $c$  jeweils der ganze relevante Bereich der Faktoren A, B und C erfasst wird, kann das Modell I für alle betrachteten Faktoren zugrunde gelegt werden.

Die Anzahl der Stufen beträgt z. B.  $a = 2$ ,  $b = 3$  und  $c = 3$ . Insgesamt sind  $a \cdot b \cdot c = 8$  Stufen vorhanden. Jede Stufe für die Ergebnisse des jeweiligen Prüfverfahrens umfasst  $n = 3$  Werte (Beobachtungen).

Die Gesamtzahl der Messwerte ist in diesem Beispiel gleich  $N = a \cdot b \cdot c \cdot n = 24$ .

Für das Untersuchungsmaterial wurde ein varianzanalytisches lineares Modell gewählt mit der Modellgleichung:

$$x_{ijkl} = \mu + \alpha_i + \beta_j + \gamma_k + (\alpha\beta)_{ij} + (\alpha\gamma)_{ik} + (\beta\gamma)_{jk} + (\alpha\beta\gamma)_{ijk} + \varepsilon_{ijkl} \quad (\text{Gl. 6})$$

Hierbei bezeichnet der Index  $i$  stets die Nummer der Stufe des Faktors A, der Index  $j$  die des Faktors B, der Index  $k$  die des Faktors C, während der Index  $l$  die Nummer der Beobachtung von  $l = 1$  bis  $n$  angibt.

Dabei bedeuten:

$x_{ijkl}$  Beobachtungswert, der in der  $i$ -ten Stufe des Faktors A,  $j$ -ten Stufe des Faktors B,  $k$ -ten Stufe des Faktors C und  $l$ -ten Beobachtung liegt

$\mu$  Gesamtmittel

$\alpha_i$  bis  $\gamma_l$  Stufeneffekt der Faktoren A bis C; die Abweichung der Stufenmittel vom Gesamtmittel

$(\alpha\beta)_{ij}$  bis  $(\alpha\beta\gamma)_{ijk}$  Wechselwirkungseffekt zwischen den im Index angegebenen Stufen der betreffenden Faktoren; so bezeichnet zum Beispiel  $(\alpha\beta\gamma)_{ijk}$  den Wechselwirkungseffekt zwischen der  $i$ -ten Stufe des Faktors A, der  $j$ -ten Stufe des Faktors B und der  $k$ -ten Stufe des Faktors C

$\varepsilon_{ijkl}$  Effekt der zufälligen Einflüsse

In diesem Modell wird vorausgesetzt, dass die Stichproben zufällig aus den  $a \cdot b \cdot c$  Grundgesamtheiten entnommen worden sind und dass jede dieser Grundgesamtheiten normalverteilt ist mit statistisch gleicher Varianz  $\sigma^2$ ; das heißt, die  $x_{ijk}$  sollen unabhängig und normalverteilt mit der Varianz  $\sigma^2$  sein. Für die notwendigen Berechnungen der SQ (Summen der quadratischen Abweichungen) wird



folgender Weg gewählt. Zunächst wird die Hilfsgröße  $K$  bestimmt:

$$K = \frac{\sum x_{ijkl}^2}{N}, \quad (\text{Gl. 7})$$

wobei  $x$  die durch Indizierung gekennzeichneten Messwerte darstellt. Mit der Hilfsgröße  $K$  ergeben sich die Einzeleffekte der Faktoren zu:

$$SQ(A) = \sum_i \frac{x_{i\cdot\cdot\cdot}^2}{n \cdot b \cdot c} - K; \quad v = a - 1, \quad (\text{Gl. 8})$$

$$SQ(B) = \sum_j \frac{x_{\cdot j\cdot\cdot}^2}{n \cdot a \cdot c} - K; \quad v = b - 1, \quad (\text{Gl. 9})$$

$$SQ(C) = \sum_k \frac{x_{\cdot\cdot k\cdot}^2}{n \cdot a \cdot b} - K; \quad v = c - 1, \quad (\text{Gl. 10})$$

sowie die Wechselwirkungseffekte zwischen zwei Faktoren zu:

$$SQ(AB) = \sum_i \sum_j \frac{x_{ij\cdot\cdot}^2}{n \cdot c} - K - SQ(A) - SQ(B);$$

$$v = (a-1) \cdot (b-1), \quad (\text{Gl. 11})$$

$$SQ(AC) = \sum_i \sum_k \frac{x_{i\cdot k\cdot}^2}{n \cdot b} - K - SQ(A) - SQ(C);$$

$$v = (a-1) \cdot (c-1). \quad (\text{Gl. 12})$$

Die übrigen Summen  $SQ(BC)$  und deren Freiheitsgrade  $v$  werden durch entsprechenden Umtausch der Indices und der jeweiligen Anzahl der Stufen analog berechnet. Für die Wechselwirkungseffekte zwischen drei Faktoren gilt:

$$SQ(ABC) = \sum_i \sum_j \sum_k \frac{x_{ijk\cdot}^2}{n} - K - SQ(A) - SQ(B) - SQ(C) - SQ(AB) - SQ(AC) - SQ(BC);$$

$$v = (a-1) \cdot (b-1) \cdot (c-1). \quad (\text{Gl. 13})$$

Die Gesamtabweichungsquadratsumme kann mit der Gleichung

$$SQ(T_0) = \sum_i \sum_j \sum_k \sum_l x_{ijkl}^2 - K;$$

$$v = (a \cdot b \cdot c \cdot n) - 1 = N - 1 \quad (\text{Gl. 14})$$

bestimmt werden.

Die Rest- oder Fehlerquadratsumme wird wie folgt festgestellt:

$$SQ(R) = SQ(T_0) - SQ(A) - SQ(B) - SQ(C) - SQ(AB) - SQ(AC) - SQ(BC) - SQ(ABC)$$

$$v = a \cdot b \cdot c \cdot (n-1). \quad (\text{Gl. 15})$$

Die Mittleren Quadrate  $MQ$  lassen sich durch Teilung der Summen der Abweichungsquadrate  $SQ$  durch die zugehörigen Freiheitsgrade ermitteln.

Mithilfe des F-Tests ist dann zu untersuchen, ob die Effekte der Einflussfaktoren und der Wechselwirkungen signifikante Änderungen der Merkmalsgröße bewirken. Gemäß der gestellten Aufgabe sind folgende Null-Hypothesen zu prüfen: Die Einflussfaktoren und deren Wechselwirkungen bewirken in allen Stufen jeweils keinen Effekt. Wird die Null-Hypothese angenommen, so besteht kein Unterschied zwischen den Mittelwerten der Stufen des zu prüfenden Effekts, was bedeutet, dass die Unterschiede zwischen den Stufen dieses Effekts keinen Einfluss auf die Merkmalsänderungen ausüben.

Die Prüfung der Null-Hypothesen erfolgt jeweils durch Vergleich eines rechnerischen  $\hat{F}$ -Werts, gebildet aus dem Quotienten des jeweiligen Mittleren Quadrats  $MQ$  und dem Mittleren Quadrat des Resteinflusses, mit einem theoretischen F-Wert. Ist die Prüfgröße  $\hat{F}$  größer als der tabellierte F-Wert der Fisher-Verteilung, so wird die entsprechende Null-Hypothese nicht akzeptiert, das heißt, die der geprüften Variationsursache zugeordnete Varianz ist nicht zufällig, sondern signifikant unterschiedlich von der Fehlervarianz.

Die rechnerischen  $\hat{F}$ -Werte und die zugehörigen Freiheitsgrade lassen sich für das gewählte varianzanalytische Modell mit festen Effekten aus folgenden Beziehungen ermitteln:

$$\hat{F}(A) = \frac{MQ(A)}{MQ(R)};$$

$$v_1 = (a - 1), v_2 = a \cdot b \cdot c \cdot (n - 1). \quad (\text{Gl. 16})$$

$\hat{F}(B)$ ;  $\hat{F}(C)$  und deren zugehörige Freiheitsgrade werden analog ermittelt.

$$\hat{F}(AB) = \frac{MQ(AB)}{MQ(R)};$$

$$v_1 = (a - 1) \cdot (b - 1), v_2 = a \cdot b \cdot c \cdot (n - 1). \quad (\text{Gl. 17})$$

$\hat{F}(AC)$ ;  $\hat{F}(BC)$  und deren zugehörige Freiheitsgrade werden analog ermittelt.



$$\hat{F}(ABC) = \frac{MQ(ABC)}{MQ(R)} ;$$

$$v_1 = (a - 1) \cdot (b - 1) \cdot (c - 1),$$

$$v_2 = a \cdot b \cdot c \cdot (n - 1). \quad (\text{Gl. 18})$$

Die theoretischen F-Werte werden jeweils für ein Signifikanzniveau von  $\alpha = 0,05$  für die zugehörigen Freiheitsgrade  $v_1$  und  $v_2$  ermittelt.

Weiterhin werden die Varianzkomponenten der Haupt- und Wechselwirkungen ermittelt, um die Effekte dieser Wirkungen abschätzen zu können. In Anlehnung an WEBER (1986) erweisen sich die Mittleren Quadrate MQ als Summen von Varianzkomponenten, die die Wirkungen und Wechselwirkungen der verschiedenen Einflussfaktoren charakterisieren. Für das gewählte Modell mit festen Effekten lassen sich so nach WEBER (1986) die Varianzkomponenten  $s^2$  aus folgenden Gleichungen bestimmen:

$$MQ = E(MQ), \quad (\text{Gl. 19})$$

$$MQ(A) = S_R^2 + b \cdot c \cdot n \cdot S_A^2, \quad (\text{Gl. 20})$$

$$MQ(B) = S_R^2 + a \cdot c \cdot n \cdot S_B^2, \quad (\text{Gl. 21})$$

$$MQ(C) = S_R^2 + a \cdot b \cdot n \cdot S_C^2, \quad (\text{Gl. 22})$$

$$MQ(AB) = S_R^2 + c \cdot n \cdot S_{AB}^2, \quad (\text{Gl. 23})$$

$$MQ(AC) = S_R^2 + b \cdot n \cdot S_{AC}^2, \quad (\text{Gl. 24})$$

$$MQ(BC) = S_R^2 + a \cdot n \cdot S_{BC}^2, \quad (\text{Gl. 25})$$

$$MQ(ABC) = S_R^2 + n \cdot S_{ABC}^2, \quad (\text{Gl. 26})$$

$$MQ(R) = S_R^2. \quad (\text{Gl. 27})$$

Die dadurch ermittelten  $s^2$  können als prozentuale Anteile an der Gesamtvarianz angegeben werden:

$$S_A^2 + S_B^2 + S_C^2 + S_{AB}^2 + S_{AC}^2 + S_{BC}^2 + S_{ABC}^2 + S_R^2$$

$$S_{(T_0)}^2 \hat{=} 100 \%. \quad (\text{Gl. 28})$$

### 3.6.4 Varianzanalyse der zweifachen Klassifikation

Die Gleichungen für die Varianzanalyse der zweifachen Klassifikation ergeben sich aus den Gleichungen für die Varianzanalyse der dreifachen Klassifikation durch Rückschluss von  $n$  auf  $(n-1)$ .

## 4 Darstellung der Ergebnisse

### 4.1 Optimierung der Destillationsbedingungen mit OME

Für den quantitativen Nachweis von OME-Rückständen werden zunächst Referenz-Mischungen angefertigt und mittels Gaschromatografie mit Massenspektrometrie-Kopplung (GCMS) untersucht. Anschließend werden die Destillationsbedingungen optimiert und das rückgewonnene Bitumen ebenfalls mittels GCMS untersucht. Die Ergebnisse sind in den folgenden Kapiteln dokumentiert.

#### 4.1.1 Quantitativer Nachweis von OME-Rückständen im Bitumen

Bei der GCMS wird ein Gas-Chromatografiegerät (GC) mit einem Massenspektrometer (MS) gekoppelt, siehe auch Bild 5. Dabei dient der Gas-Chromatograph zur Auftrennung des zu untersuchenden Stoffgemisches und das Massenspektrometer zur Identifizierung und hier auch Quantifizierung der einzelnen Komponenten.

Die Säule eines Gas-Chromatografiegerätes besteht aus einer dünnen Röhre oder Kapillare (stationäre Phase) und wird von einem Trägergas (mobile Phase) durchströmt. In diesen Gasstrom wird das gasförmige, aus neutralen Molekülen bestehende Stoffgemisch injiziert. Jede Komponente des Stoffgemisches hat dabei eine charakteristische Laufgeschwindigkeit, sodass es dadurch in Einzelsubstanzen aufgetrennt wird.

Nach Durchlaufen der Chromatographiesäule werden die getrennten Stoffe ionisiert. Durch die Ionisierung werden die Moleküle der Einzelsubstanzen entweder zertrümmert oder protoniert. Aus den Massenzahlen des Molpeaks, charakteristischer Bruchstücke und eventuell vorhandenen Isotopenmustern wird auf die Substanz geschlossen.

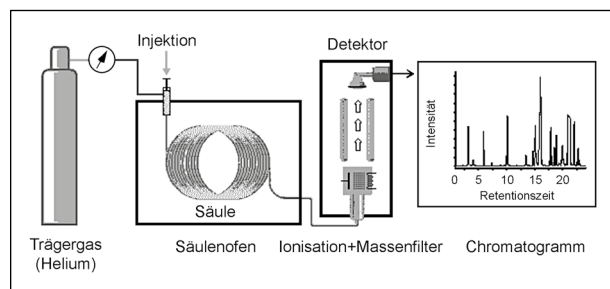


Bild 5: Beispiel für die Funktionsweise der Gaschromatografie mit Massenspektrometrie-Kopplung GCMS

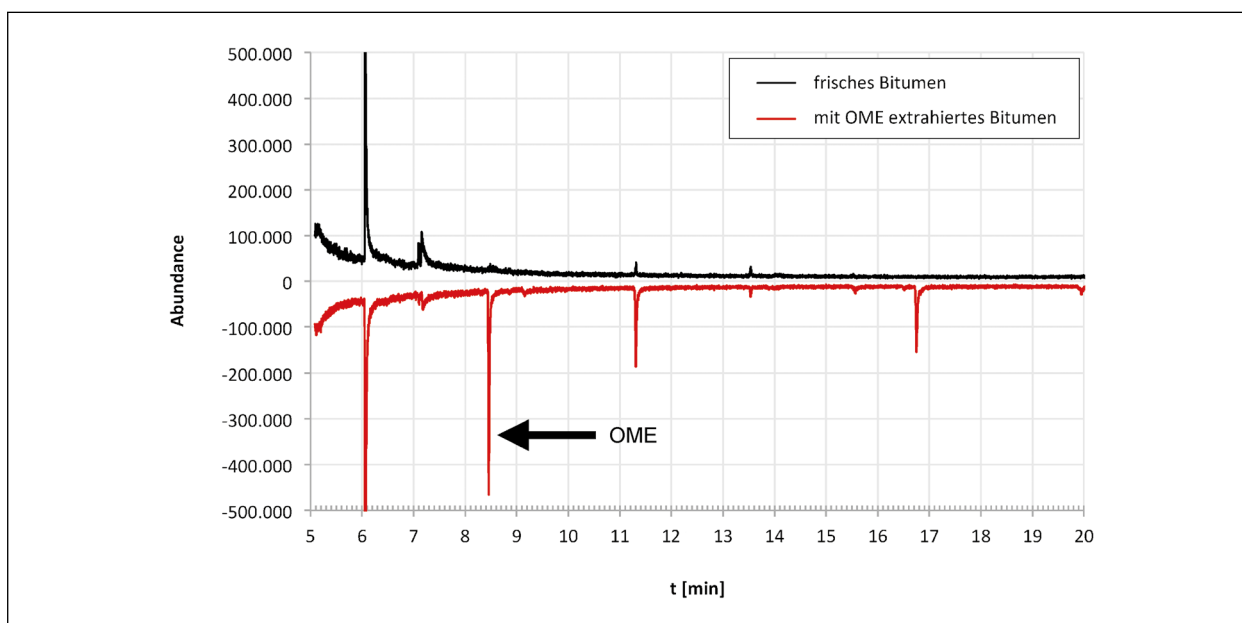


Bild 6: GCMS-Chromatogramme von frischem und mit OME extrahiertem Bitumen (ALISOV & WISTUBA, 2015), der OME-Peak ist markiert

Bild 6 zeigt ein Ergebnis der GCMS von ALISOV & WISTUBA (2015) von mit OME extrahiertem Bitumen (untere Linie).

Der Ausschlag nach 8,5 min ist charakteristisch für OME. Mit den hier durchgeführten Untersuchungen soll untersucht werden, ob dieser Ausschlag auch quantitativ bewertet werden kann.

Dazu wurden vier Mischungen aus Bitumen 50/70 mit unterschiedlichen Anteilen an OME gemischt und zur Analyse an ein Labor (Biolab Umweltanalysen GmbH, Braunschweig) gesandt.

Die Berichte des Labors können dem Anhang 1 entnommen werden. Die Ergebnisse für die vier Mischungen sind in Tabelle 7 zusammengefasst.

Da das Ergebnis der GCMS von der Probemenge abhängig ist, wird der Wert Peakfläche/Bitumenmenge zur Bewertung herangezogen. Bezogen auf die Anteile OME im Bitumen kann eine gute Korrelation zur Bewertung des OME-Anteils in Anhängigkeit von der Peakfläche/Bitumenmenge angegeben werden (Bild 7).

Über die Umstellung der Ausgleichgrade zu

$$\text{Anteil OME} = \left( \frac{\text{Peakfläche}}{\text{Bitumenmenge}} \right) + 1,0291 \times 10^6 / 1,0751 \times 10^9 \quad (\text{Gl. 29})$$

kann anhand der Ergebnisse der GCMS an Bitumenproben auf den verbleibenden Anteil OME geschlossen werden.

Verhältnis Bitumen : OME	OME Peakfläche [counts]	Geprüfte Bitumenmenge [g]	Verhältnis Peakfläche/Bitumenmenge [counts/g]
[-]	[counts]	[g]	[counts/g]
0 : 1	3.279.365.557	-	-
50 : 1	17.368.908	0,84	20.677.272
100 : 1	6.083.566	0,67	9.079.949
200 : 1	3.336.765	0,69	4.835.891
400 : 1	850.887	0,53	1.605.447

Tab. 7: Ergebnisse der GCMS bei unterschiedlichen Anteilen OME im Bitumen 50/70

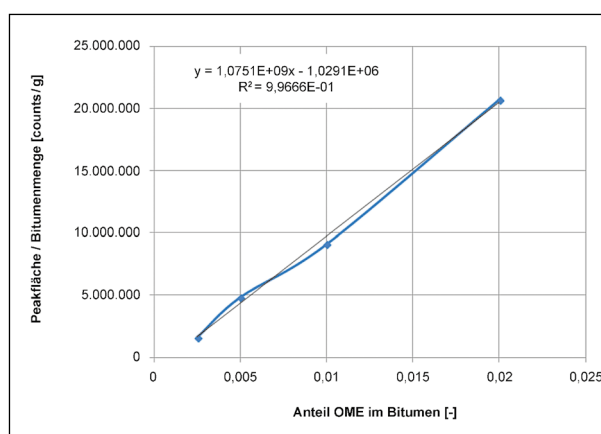


Bild 7: Bewertungsmaßstab zur Beurteilung der Restmenge OME im Bitumen

Als erste Einschätzung dient eine GCMS-Untersuchung von ALISOV & WISTUBA (2015). Damals

wurde eine Peakfläche von 7.248.052 counts an einem zurückgewonnenen Bitumen ermittelt. Da die Bitumenmenge nicht notiert wurde, kann dieser Wert lediglich als Abschätzung dienen. Bei einer geschätzten Bitumenmenge von 0,7 g verblieb im Bitumen ein Anteil von  $\sim 1,1 \text{ ‰} = 0,011$ . Dieser Anteil liegt in dem hier vorgesehenen Bewertungsmaßstab.

ALISOV & WISTUBA (2015) untersuchten auch reines OME, ohne Bitumenanteile, mittels GCMS. Die Peakfläche konnte zu 3.293.365.557 counts ermittelt werden, was den in Tabelle 7 ermittelten Wert bestätigt.

#### 4.1.2 Ergebnisse unterschiedlicher Destillationsbedingungen

In einem ersten Schritt werden die in Kapitel 3.2.1 genannten Destillationsbedingungen systematisch angewandt und mittels Erweichungspunkt Ring und Kugel (EP RuK) und dem BTSV überprüft. Es werden folgende Varianten überprüft:

- Verlängerung der zweiten Destillationsstufe auf 22 bzw. 33 Minuten,
- Erhöhung der Ölbadtemperatur in der zweiten Destillationsstufe auf 170 °C bzw. 180 °C,
- Isolierung des Überführungsrohrs bzw. Erwärmung des Rohrs,
- Einsatz einer Schaumbremse,
- Reduzierung der Probemenge auf 37,5 g bzw. 25 g statt 50 g,
- Reduzierung der Kolbengröße auf 500 ml bzw. 250 ml statt 750 ml und
- Reduzierung der Eintauchtiefe.

Die gemittelten Ergebnisse EP RuK sowie  $T_{\text{BTSV}}$  und  $\delta_{\text{BTSV}}$  sind in Tabelle 8 dokumentiert. Die Einzelwerte können dem Anhang 2 entnommen werden.

Weiterhin sind in Tabelle 8 die Ergebnisse eines einfachen Mittelwertvergleiches (siehe Kapitel 3.6) zwischen dem Ergebnissen  $T_{\text{BTSV}}$  nach Destillation mit Tri (Referenz) und nach Destillation mit OME (jeweilige Variante) angegeben. Die Destillation mittels Tri stellt nicht unbedingt das zu erreichende Maß dar, jedoch einen realistischen und bekannten Vergleichswert für ein beanspruchtes Bitumen. In

dieser Größenordnung sollten die Ergebnisse des mit OME destillierten Bitumens liegen. Der Eintrag „ja“ bedeutet, dass die beiden verglichenen Werte im statistischen Sinne gleich sind, ein „nein“ bedeutet, dass sich die Werte signifikant voneinander unterscheiden.

Die statistische Auswertung in Tabelle 8 zeigt in den überwiegenden Fällen einen signifikanten Unterschied in den Ergebnissen  $T_{\text{BTSV}}$ . Zur Variante d1 muss angemerkt werden, dass die Ergebnisse gegenüber den weiteren Varianten so stark streuen, dass hier auf eine statistische Gleichheit geschlossen wird. In der Interpretation sollten die Ergebnisse jedoch unbedingt als unterschiedlich betrachtet werden.

Im Weiteren werden Besonderheiten einzelner Varianten betrachtet.

Bei der Durchführung der Varianten c1 und c2 wird mittels Wärmebildkamera die Wirksamkeit der Maßnahme dokumentiert. Die hier angegebenen Temperaturen gelten lediglich vergleichend.

Bild 8 zeigt den Destillationsvorgang als Foto und in der Infrarotdarstellung unter Standardbedingungen.

Variante	EP RuK	$T_{\text{BTSV}}$	$\delta_{\text{BTSV}}$	$T_{\text{BTSV}}$ gleich?
[-]	[°C]	[°C]	[°]	[-]
Frischbitumen 50/70	51,2	51,3	78,7	-
Destillation mit Tri	51,2	51,5	78,1	Referenz
Standardvorgehen mit OME	49,1	49,2	78,2	nein
a1 – Dauer 22 min	49,2	49,2	78,4	nein
a2 – Dauer 33 min	49,0	49,7	78,4	nein
b1 – Öl-Temp. 170 °C	49,0	49,2	78,5	nein
b2 – Öl-Temp. 180 °C	49,8	50,5	78,5	ja
c1 – Isolierung	48,8	49,0	78,4	nein
c2 – Wärmestrom	48,8	48,9	78,4	nein
d1 – Schaumbremse	46,2	46,3	78,2	ja
e1 – Probemenge 37,5 g	48,6	49,1	78,6	nein
e2 – Probemenge 25 g	48,2	48,5	78,6	nein
f1 – Kolbengröße 500 ml	47,8	48,7	78,4	nein
f2 – Kolbengröße 250 ml	47,2	47,6	78,3	nein
g1 – Eintauchtiefe 3/4	48,4	48,8	78,5	nein
g2 – Eintauchtiefe 1/2	48,0	48,6	78,6	nein

Tab. 8: Optimierung der Destillation: Ermittelte Ergebnisse unter Variation der Destillationsbedingungen, Varianten a bis g

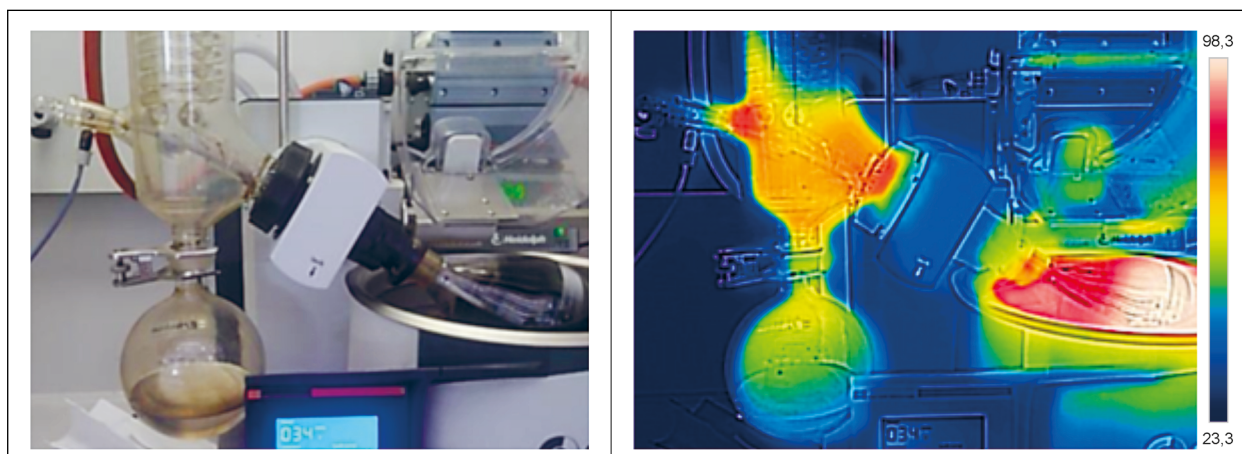


Bild 8: Foto (links) und Infrarotaufnahme (rechts) der Destillation unter Standardbedingungen

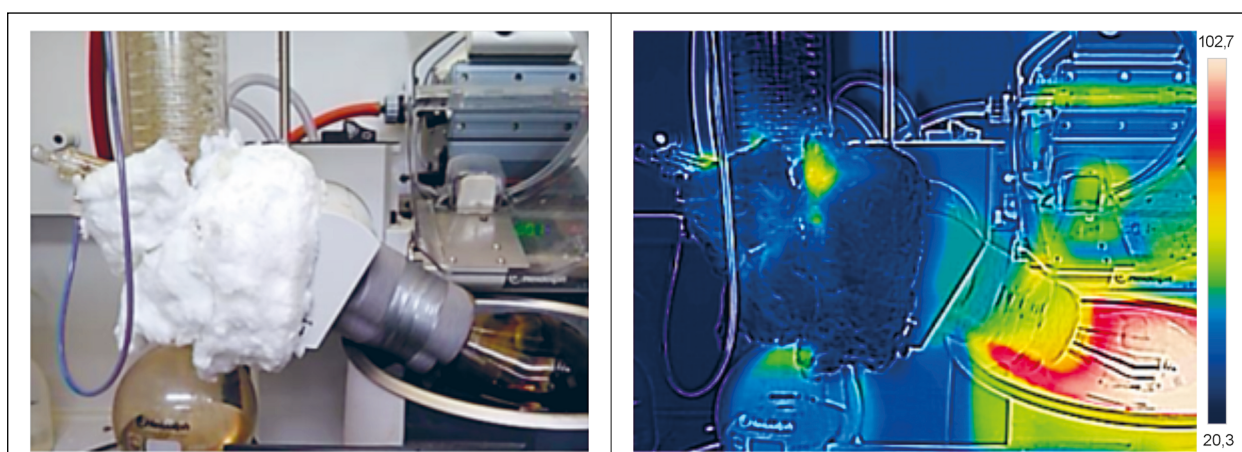


Bild 9: Foto (links) und Infrarotaufnahme (rechts) der Destillation bei Isolation von Kolben und Kühler

Im unteren Bereich des Kühlers werden Temperaturen bis maximal 68 °C (zum Übergangrohr) gemessen.

In Bild 9 ist der Kolben über dem Ölbad (jeweils rechts) mit PE-Schaumstoff isoliert sowie der Kühler im Bereich des Übergangrohres (jeweils links) mit einer Mineralstofffasermatte aus Erdalkali-Silikat. Dies entspricht den Versuchsbedingungen c1. Die Isolationswirkung im Bereich des Ölbad kann aufgrund der Reflexionen der Wärmestrahlen nicht beurteilt werden. Die Isolationswirkung in Bereich des Kühlers kann als wirksam beurteilt werden. Im Bereich des Kühlers wird eine Temperatur an der Außenseite der Isolierung von 23 °C gemessen. Der oben liegende, offene Punkt weist mit 45 °C die gleiche Temperatur auf, wie in Bild 8.

Bild 10 zeigt die Wärmeverteilung bei Anblasen des Kühlers mit einer Heißluftpistole mit 80 °C (Versuchsbedingung c2). Die zugeführte Wärme breitet sich im Wesentlichen nur direkt im Übergangsbereich

reich zum Kolben aus. Der Kolben über dem Ölbad ist wie zuvor mit PE-Schaumstoff isoliert, siehe auch Bild 11. Visuell wurde der Rücklauf des Lösemittels als geringer beobachtet.

Der Einsatz der Schaumbremse (Variante d1) ist in Bild 12 dargestellt. Die Schaumbremse wird vor dem zweiten Destillationsschritt (Erhöhung der Ölbadtemperatur auf 160 °C) zwischen Kolben und Kühler gesetzt. Sie soll im Übergangrohr das rücklaufende Lösemittel auffangen. Da ihre Kapazität sehr begrenzt ist (ca. 3,5 ml), wird sie nur gegen Ende des Verfahrens eingesetzt. Dabei ist das Handling als schwierig anzusehen da der Kolben abgehängt, zwischengelagert, das 110 °C heiße Ölbad verschoben und der Kolben wieder angehängt werden muss.

Da der Einsatz der Schaumbremse (Variante d1) nur bedingt zielführend ist, wird ein größeres Exemplar erprobt, welches die doppelte Menge an Kondensat auffangen kann (ca. 6 ml), siehe Bild 13.



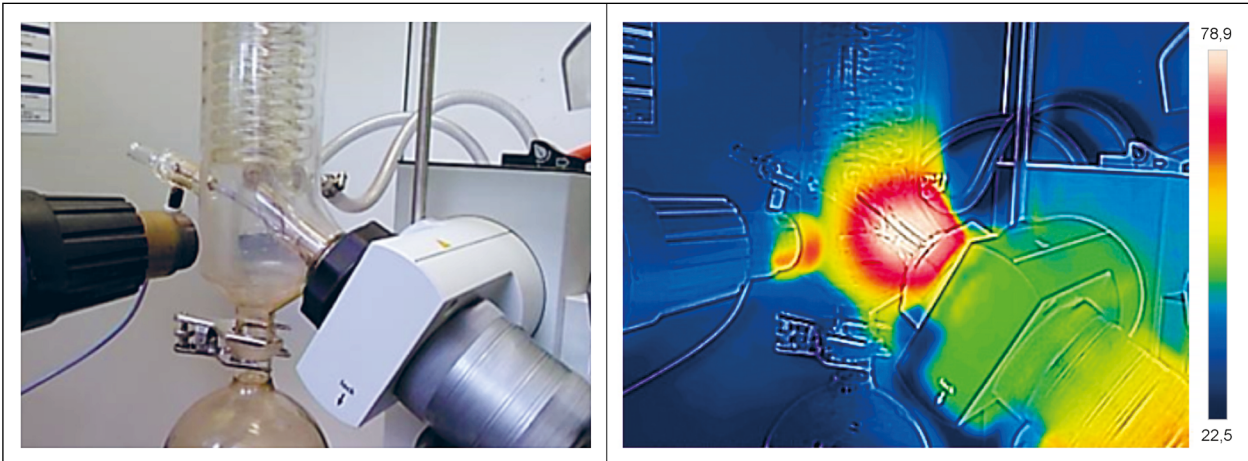


Bild 10: Foto (links) und Infrarotaufnahme (rechts) der Destillation bei Anblasen mit einer Heißluftpistole

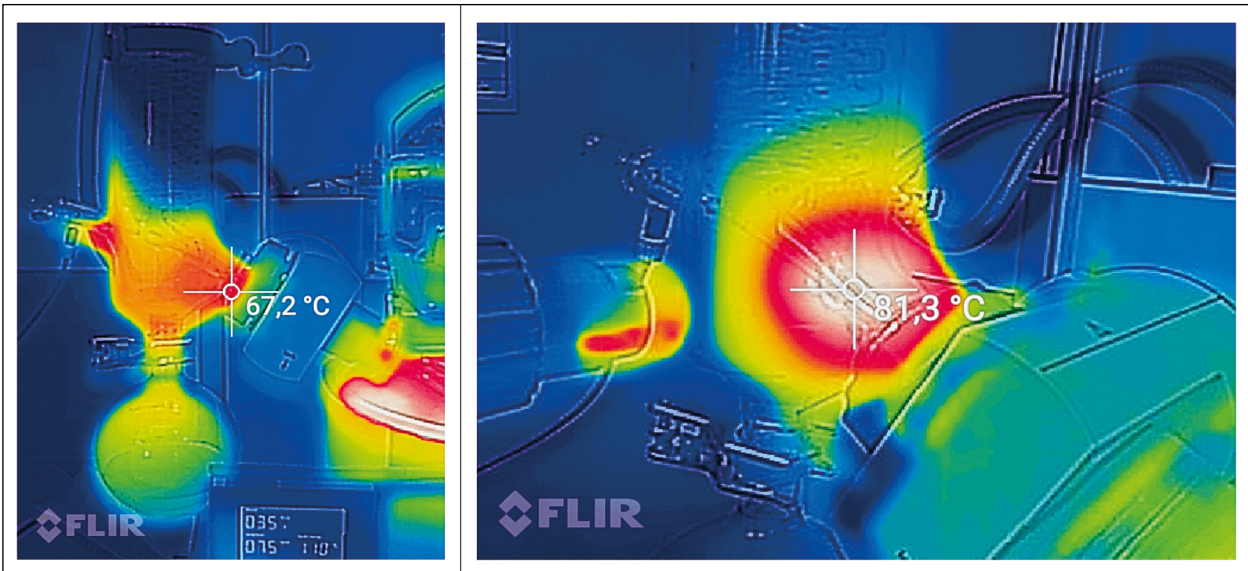


Bild 11: Infrarotaufnahme mit Temperaturspot bei der Destillation nach Standardbedingungen (links) und bei Anblasen mit einer Heißluftpistole (rechts)

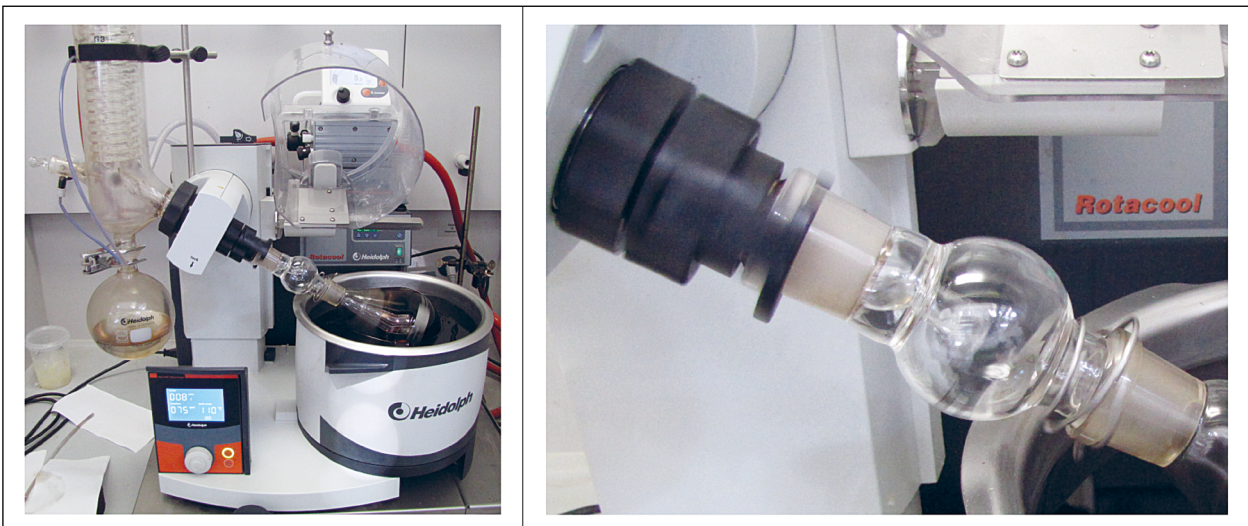


Bild 12: Schaumbremse in eingebautem Zustand (links) und Detailaufnahme (rechts)



Bild 13: Neu angefertigte Schaumbremse mit doppelter Kapazität (links) und Standard-Schaumbremse des Herstellers Heidolph (rechts)

Die aufgefangene Menge an Kondensat wird jedoch auch mit diesem Auffangbehälter als nicht ausreichend angesehen. Zusätzlich ist das Handling als schwierig anzusehen, da bei der Entnahme des Kolbens OME in den Kolben zurück fließt.

Nach Auskunft des beauftragten Glasbläfers können nur runde Kolben hergestellt werden, keine ovalen bzw. gestauchten Kolben. Runde Kolben benötigen im Aufbau des aktuellen Rotationsverdampfers jedoch deutlich mehr Platz, sodass größere Volumina technisch nicht umsetzbar sind. Weiterhin würde bei Einsatz größerer Kolben die Kondensation größtenteils bereits im Kolben stattfinden, sodass die Kolbengröße wiederum erhöht werden müsste. Im praktischen Einsatz kann die Menge OME im Bitumen-Lösemittel-Gemisch variieren, sodass noch größere Mengen im zweiten Destillationsschritt anfallen können. Um dies zu berücksichtigen und zusätzlich eine Reserve vorzuhalten, müssten deutlich größere Kolben eingesetzt werden. Dies ist technisch kaum zu realisieren.

Neben dem Einsatz einer größeren Schaumbremse (Variante d2) sollen im Weiteren Kombinationen erfolgsversprechender Varianten untersucht werden. Dazu sind stellvertretend für alle Ergebnisse in Bild 14 die ermittelten  $T_{\text{BTSV}}$  der Varianten a bis g dargestellt.

Neben der Erhöhung der Ölbadtemperatur auf 180 °C (Variante b2, siehe auch Tabelle 8) wird eine verlängerte Destillationsdauer der zweiten Stufe

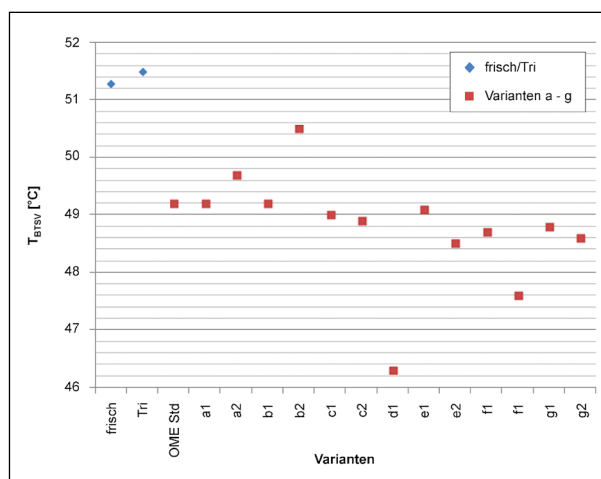


Bild 14: Ergebnisse für die Optimierung der Destillationsphase  $T_{\text{BTSV}}$ , Varianten a bis g

Variante	Prüfung		
	EP RuK	BTSV	GCMS
d2 – große Schaumbremse	X	X	-
o1 – Dauer 22 min, Ölbad-Temp 180 °C	X	X	X
o2 – Dauer 33 min, Ölbad-Temp 180 °C	X	X	X
o3 – Dauer 60 min, Ölbad-Temp 180 °C	X	X	X
o4 – Dauer 120 min, Ölbad-Temp 180 °C	X	X	X
o5 – Dauer 33 min, Ölbad-Temp 180 °C, Entlüften	X	X	X
o6 – Dauer 33 min, Ölbad-Temp 190 °C	X	X	X
o7 – Dauer 33 min, Ölbad-Temp 210 °C	X	X	X
Bitumen ohne Lösemittel, Dauer 33 min, Ölbad-Temp 190 °C	X	X	-

Tab. 9: Prüfmatrix der zusätzlichen/multiplen Varianten zur Bewertung der Destillationsparameter

(Variante a2) erprobt. Die Isolierung des Überführungsrohrs (Variante c1) ist nicht zielführend.

Das weitere Vorgehen sieht eine individuelle Variation der Destillationsbedingungen vor, sodass an dieser Stelle bereits alle zusätzlichen und multiplen Destillationsbedingungen angegeben werden, siehe Tabelle 9. Die Ergebnisse werden anschließend zusammen mit den Varianten der Tabelle 8 diskutiert.

Die Variante o5 wird auf Anregung des betreuenden Ausschusses aufgenommen. Kurz vor Ende des Destillationsvorgangs (ca. 5 min vor Beendigung) wird der Unterdruck aufgehoben und Luft in das System gelassen. Anschließend wird wieder der Unterdruck von 5 mbar hergestellt. Damit soll die Luft im Rotationsverdampfer getauscht werden, so-



dass mögliche, in der im Rotationsverdampfer vorhandenen Restluft gebundene Lösemittelrückstände abgeschieden werden und ggf. neue Lösemittelrückstände besser aufgenommen und transportiert werden können.

Die so ermittelten, zusätzlichen Ergebnisse EP RuK sowie  $T_{BTSV}$  und  $\delta_{BTSV}$  sind in Tabelle 10 dokumentiert. Weiterhin wird wieder ein einfacher Mittelwertvergleich der Ergebnisse  $T_{BTSV}$  mit den Ergebnissen des mit Tri destillierten Bitumens durchgeführt. Die detaillierten Ergebnisse können wiederum dem Anhang 2 entnommen werden.

Zur besseren Interpretation der Ergebnisse erfolgt eine grafische Darstellung in Bild 15. Die Reihenfolge der Varianten entspricht der Reihung der Tabellen 8 und 10.

In Bild 15 sind oben links die EP RuK des frischen bzw. mit Tri zurückgewonnenen Bitumens eingetragen, oben rechts (letzter Punkt) der EP RuK des destillierten Bitumens ohne Lösungsmittel. Diese Werte sollten durch die Destillation mittels OME erreicht werden.

Unter den einfachen Varianten (Tabelle 8) erreicht die Erhöhung der Ölbadtemperatur auf 180 °C mit 49,8 °C den höchsten Wert für den EP RuK. Alle weiteren Varianten weisen deutlich niedrigere Werte auf und lassen auf einen höheren Anteil an verbleibendem OME schließen. Die Varianten mit einer Schaumbremse oder mit Auffangbehälter weisen die geringsten Werte auf, da hier beim Abhängen der Probe unvermeidlich geringe Rückstände in den Kolben zurückfließen.

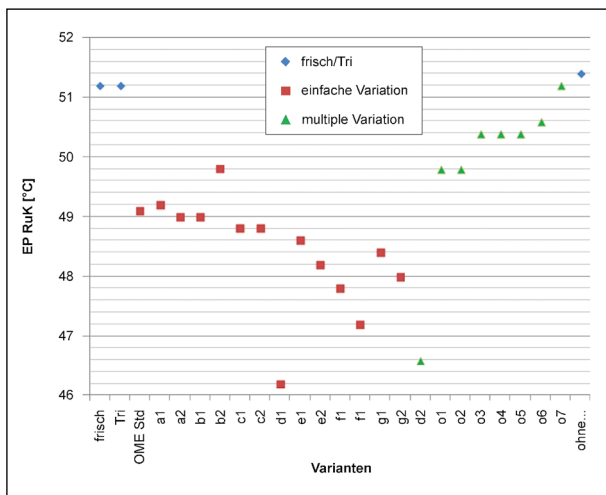


Bild 15: Ergebnisse für die Optimierung der Destillationsphase – EP RuK unter Variation aller Destillationsbedingungen

Unter den kombinierten Varianten (Tabelle 10) erreicht die Kombination mit einer Ölbadtemperatur von 210 °C und mit einer Destillationsdauer von 33 min in der zweiten Stufe einen Wert von 51,2 °C und erreicht exakt den (Ziel-)Wert von 51,2 °C. Es folgen die Destillationsbedingungen von 190 °C bei 33 min Dauer, welche einen EP RuK von 50,6 °C erreichen.

Neben der statistischen Auswertung der Tabellen 8 und 10 ist bei der Betrachtung der Ergebnisse EP RuK die Präzision unter Wiederholbedingungen von 1,0 °C zu beachten. Aus statistischer Sicht könnten so z. B. die Ergebnisse der frischen Probe und den meisten der mit einer multiplen Variante rückgewonnenen Probe als gleich angesehen werden. Aufgrund der Vielzahl der ermittelten Ergebnisse unter gleichen Prüfbedingungen sollte hier jedoch eine höhere Präzision erreicht werden, sodass die hier ermittelten Unterschiede als gültig angesehen werden.

Variante	EP RuK	$T_{BTSV}$	$\delta_{BTSV}$	$T_{BTSV}$ gleich?
[-]	[°C]	[°C]	[°]	[-]
Frischbitumen 50/70	51,2	51,3	78,7	-
Destillation mit Tri	51,2	51,5	78,1	Referenz
Standardvorgehen mit OME	49,1	49,2	78,2	nein
d2 – große Schaumbremse	46,6	46,9	78,6	nein
o1 – Dauer 22 min, Ölbad-Temp 180 °C	49,8	50,5	78,3	nein
o2 – Dauer 33 min, Ölbad-Temp 180 °C	49,8	49,9	78,4	nein
o3 – Dauer 60 min, Ölbad-Temp 180 °C	50,4	50,2	78,4	nein
o4 – Dauer 120 min, Ölbad-Temp 180 °C	50,4	50,5	78,5	nein
o5 – Dauer 33 min, Ölbad-Temp 180 °C, Entlüften	50,4	50,5	78,3	nein
o6 – Dauer 33 min, Ölbad-Temp 190 °C	50,6	50,4	78,5	nein
o7 – Dauer 33 min, Ölbad-Temp 210 °C	51,2	51,3	78,3	ja
Destillation an Bitumen ohne Lösemittel Dauer 33 min, Ölbad-Temp 190 °C	51,4	51,2	78,5	ja

Tab. 10: Optimierung der Destillation: Ergebnisse unter Variation der Destillationsbedingungen, multiple Varianten

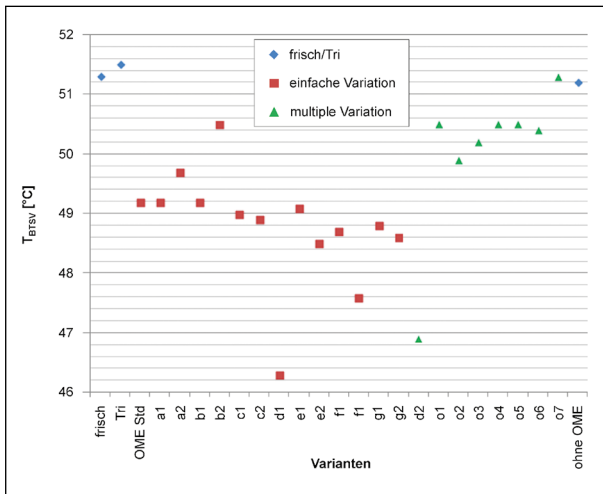


Bild 16: Ergebnisse für die Optimierung der Destillationsphase – Temperatur  $T_{BTSV}$  unter Variation aller Destillationsbedingungen

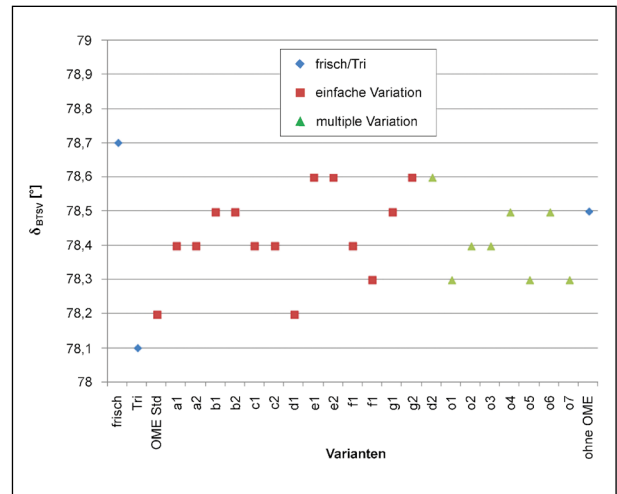


Bild 17: Ergebnisse für die Optimierung der Destillationsphase – Phasenwinkel  $\delta_{BTSV}$  unter Variation aller Destillationsbedingungen

Bild 16 zeigt, die  $T_{BTSV}$  der rückgewonnenen Varianten, bei gleicher Reihenfolge wie in den Tabellen 8 und 10. Wie zuvor sind ganz links die Werte für frisches 50/70 bzw. nach Rückgewinnung mit Tri und ganz rechts der Wert nach Destillation ohne Lösemittel dargestellt.

Auch Bild 16 zeigt unter den einfache Varianten, dass die Erhöhung der Ölbadtemperatur auf 180 °C mit 50,5 °C den höchsten Wert für die  $T_{BTSV}$  erreicht. Alle weiteren Varianten lassen auf deutlich höhere Anteile OME im Bitumen schließen.

Unter den kombinierten Varianten erreicht die Kombinationen mit einer Ölbadtemperatur von 210 °C und mit einer Destillationsdauer von 33 min (in der zweiten Stufe) einen Wert von 51,3 °C und erreicht damit den (Ziel)wert von 51,3 °C.

Mit 50,5 °C bzw. 50,4 °C folgen die Varianten bei einer Ölbadtemperatur von 180 °C, mit einer Destillationsdauer von 33 min und mit einem Druckausgleich vor Destillationende sowie bei einer Temperatur von 180 °C mit 120 min Dauer und bei 190 °C mit 33 min Dauer.

Aus statistischer Sicht werden die ermittelten Unterschiede als signifikant angesehen. Die Wiederholgenze des BTSV wird für Straßenbaubitumen mit 0,5 K angegeben und ist damit geringer als beim EP RuK.

Die ermittelten Phasenwinkel  $\delta_{BTSV}$  in Bild 17 zeigen keine plausiblen Abhängigkeiten von den Destillationsbedingungen. Für die Ergebnisse des BTSV können offensichtlich keine relevanten Ein-

Variante 160/220	EP RuK [°C]	$T_{BTSV}$ [°C]	$\delta_{BTSV}$ [°]
Frischbitumen	38,9	38,1	81,4
Destillation mit OME, Dauer 33 min, Ölbad-Temp. 210 °C	40,6	38,4	81,3

Tab. 11: Ergebnisse der Destillation bei 210 °C in der zweiten Destillationsstufe für ein Straßenbaubitumen 160/220

flüsse auf das viskose (zeitliche) Verhalten (Phasenwinkel) ermittelt werden. Da hier keine durch die Destillation beeinflussbare Zusätze oder Additive verwendet werden, können Änderungen im Phasenwinkel lediglich aufgrund einer veränderten Viskosität auftreten. Diese Änderungen in der Viskosität sind hier jedoch gezielt vermieden und fallen daher auch nur gering aus (indirekt über EP RuK bzw.  $T_{BTSV}$  ermittelt). Aus diesem Grund werden die Ergebnisse der Phasenwinkel  $\delta_{BTSV}$  nicht weiter berücksichtigt.

Auf Basis der Ergebnisse des EP RuK und des BTSV weist die Variante mit einer Ölbadtemperatur von 210 °C und mit einer Dauer von 33 min in der zweiten Destillationsstufe die besten Ergebnisse auf. Bei dieser Temperatur kann jedoch nicht ausgeschlossen werden, dass das Bitumen geschädigt wird. Für eine einfache Überprüfung wird diese Variante für ein weiches Bitumen 160/220 aus Beständen des ISBS untersucht, welches auf diese Temperaturen empfindlicher reagieren sollte. Die Ergebnisse sind in Tabelle 11 zusammengestellt.

Während der EP RuK signifikant um 1,7 °C ansteigt, nimmt die  $T_{BTSV}$  nur um 0,2 °C zu. Der Phasenwin-



kel ändert sich nicht. Gemäß dieses einfachen Tests wird keine Schädigung am Straßenbaubitumen festgestellt. Insgesamt wird diese Temperatur bezüglich möglicher Beanspruchungen jedoch als zu unsicher angesehen, sodass damit nur in Ausnahmefällen gearbeitet werden sollte.

Zusammenfassend zeigen die Varianten mit einer Ölbadtemperatur von 180 °C und 190 °C bei einer Destillationsdauer von mindestens 33 min in der zweiten Destillationsstufe erfolversprechende Ergebnisse.

#### 4.1.3 Ergebnisse der GCMS unterschiedlicher Destillationsbedingungen

Für einen Großteil der untersuchten Varianten werden von der Biolab Umweltanalysen GmbH aus Braunschweig mittels GCMS die im Bitumen verbleibende Menge OME ermittelt. Je Variante werden zunächst nur die nach  $T_{\text{BTSV}}$  erfolversprechendsten Varianten untersucht. Die so ermittelten Ergebnisse in [counts/g] und die gemäß der in Kapitel 4.1.1 ermittelten Funktion umgerechneten Anteile OME im Bitumen sind in Tabelle 12 dokumentiert.

Sämtliche Prüfberichte der Biolab GmbH sind im Anhang 1 wiedergegeben.

Variante [-]	Verhältnis Peakfläche/ Bitumenmenge [counts/g]	umgerechnetes Verhältnis OME/Bitumen [-]
Mischung 1 : 50	20.677.272	0,0202
Mischung 1 : 100	9.079.949	0,0094
Mischung 1 : 200	4.835.891	0,0055
Mischung 1 : 400	1.605.447	0,0025
Frischbitumen 50/70	nicht nachweisbar	-
Standardvorgehen mit OME	12.313.520	0,0124
a2 – Dauer 33 min	11.570.058	0,0117
b2 – Öl-Temp. 180 °C	6.972.509	0,0074
c1 – Isolierung	11.867.913	0,0120
e1 – Probemenge 37,5 g	15.072.517	0,0150
f1 – Kolbengröße 500 ml	14.404.082	0,0144
g1 – Eintauchtiefe 3/4	13.331.665	0,0134

Tab. 12: Ergebnisse der GCMS für ausgewählte Destillationsvarianten

Untersuchungen am frischen Bitumen zeigen, dass weder Tri- noch OME-Rückstände im Bitumen nachweisbar sind.

Eine grafische Darstellung der Ergebnisse zeigt Bild 18. Es ist zu erkennen, dass die Erhöhung der Ölbadtemperatur auf 180 °C sowie die Erhöhung der Destillationsdauer auf 33 min eindeutig von Vorteil sind. Eine Isolierung des Kühlers ist gering von Vorteil, sodass im Weiteren darauf verzichtet wird. Diese Ergebnisse bestätigen die Ergebnisse des EP RuK und des BTSV.

Anschließend wird die GCMS an Proben mit multipler Variation der Destillationsbedingungen, wie in Tabelle 10 beschrieben, durchgeführt. Die Ergebnisse sind in Tabelle 13 dargestellt.

Die Ergebnisse in Tabelle 13 zeigen mit der Variante o1 und o7 nicht erwartete Werte. Es wäre möglich, bei Variante o7 alles OME soweit auszudestillieren, dass keine Rückstände mehr nachweisbar wären. Bei der Variante o1, mit den schwächsten multiplen Destillationsbedingungen ist dieses Ergebnis jedoch unplausibel.

Trotz mehrfacher Wiederholung der Prüfungen seitens der ausführenden Fa. Biolab kann in beiden Proben kein OME nachgewiesen werden.

Eine Überprüfung mit der Referenzmischung 1:50 ergibt einen Wert von 17.255.498 counts/g. Dies entspricht einer Abweichung von ~16 % gegenüber dem zuvor ermittelten Referenzwert von 20.677.272 counts/g.

Nach Rücksprache mit der Fa. Biolab wird festgestellt, dass unvermeidbare Streuungen zwischen

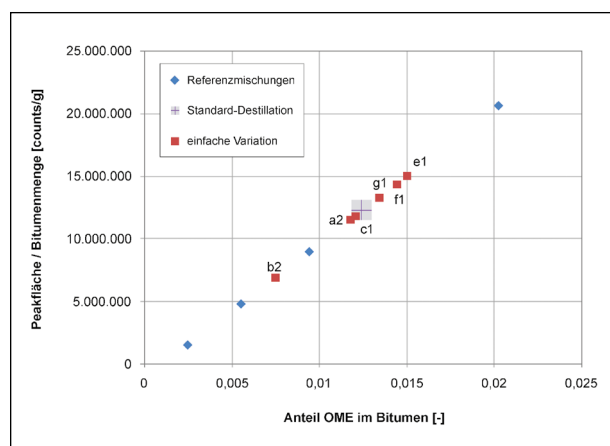


Bild 18: Nach der Destillation verbleibender Anteil OME im Bitumen, mittels GCMS ermittelt, unter Variation ausgewählter Destillationsbedingungen

Variante	Verhältnis Peakfläche/ Bitumenmenge	umgerechnetes Verhältnis OME/Bitumen
[-]	[counts/g]	[-]
Mischung 1 : 50	20.677.272	0,0202
Mischung 1 : 100	9.079.949	0,0094
Mischung 1 : 200	4.835.891	0,0055
Mischung 1 : 400	1.605.447	0,0025
Frischbitumen 50/70	nicht nachweisbar	-
Standardvorgehen mit OME	12.313.520	0,0124
o1 – Dauer 22 min, Öl-Temp. 180 °C	nicht nachweisbar	-
o2 – Dauer 33 min, Öl-Temp. 180 °C	2.729.902	0,0035
o3 – Dauer 60 min, Öl-Temp. 180 °C	2.476.322	0,0033
o4 – Dauer 120 min, Öl-Temp. 180 °C	2.140.723	0,0029
o5 – Dauer 33 min, Öl- Temp. 180 °C, Entlüften	2.949.615	0,0037
o6 – Dauer 33 min, Öl-Temp. 190 °C	1.394.217	0,0023
o7 – Dauer 33 min, Öl-Temp. 210 °C	nicht nachweisbar	-

Tab. 13: Ergebnisse der GCMS für ausgewählte Destillationsvarianten

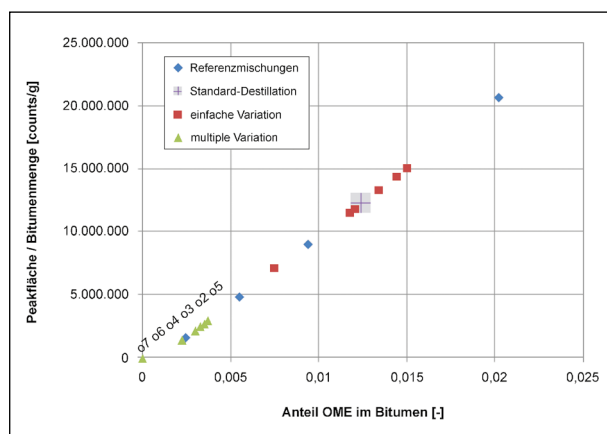


Bild 19: Nach der Destillation verbleibender Anteil OME im Bitumen, mittels GCMS ermittelt, unter Variation ausgewählter Destillationsbedingungen

den einzelnen Untersuchungsreihen bestehen. In Wiederholungsprüfungen wird für alle Proben, in denen OME nicht mehr nachweisbar war, das Ergebnis bestätigt. In der weiteren Auswertung werden diese möglichen Streuungen berücksichtigt.

Eine grafische Darstellung aller Ergebnisse zeigt Bild 19. Dabei ist zu erkennen, dass die multiplen

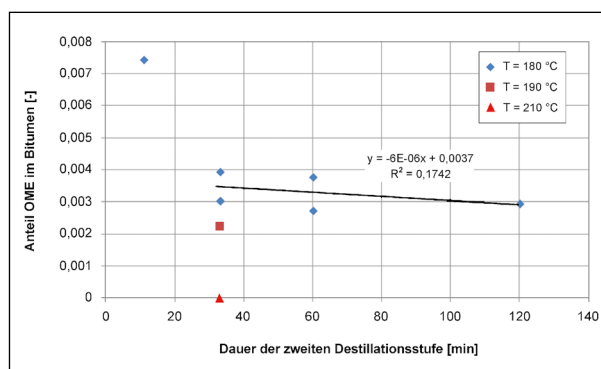


Bild 20: Korrelation zwischen der Dauer der zweiten Destillationsstufe und dem nach der Destillation verbleibenden Anteil OME im Bitumen

Variationen der Destillationsbedingungen eindeutig von Vorteil sind.

Insgesamt stellen alle Versuchsbedingungen, welche in der zweiten Destillationsstufe eine Temperatur von 180 °C im Ölbad und eine Dauer von mindestens 33 min aufweisen, vorteilhafte Ergebnisse gegenüber den Standard-Bedingungen dar. Der Minimalwert wird für die Variante o7, mit einer Destillationstemperatur von 210 °C und mit einer Dauer von 33 min erreicht. OME ist nicht mehr nachweisbar. Wie bereits in Kapitel 4.1.2 angesprochen, wird diese Temperatur bezüglich möglicher Beanspruchungen als zu unsicher angesehen, sodass damit nur in Ausnahmefällen gearbeitet werden sollte.

Bezüglich der verbleibenden Anteile an OME im Bitumen folgt die Variante o6 mit Destillationsbedingungen von  $T = 190\text{ °C}$  im Ölbad und einer Dauer von 33 min. Der ermittelte Wert liegt unterhalb des Referenzwertes OME : Bitumen von 1 : 400.

Da alle Destillationsbedingungen mit einer Ölbadtemperatur von mindestens 180 °C von Vorteil sind, soll an dieser Stelle die Destillationsdauer näher untersucht werden. Bild 20 zeigt die Abhängigkeit des verbleibenden Anteils OME im Bitumen in Abhängigkeit der Dauer der zweiten Destillationsstufe bei  $T = 180\text{ °C}$ ,  $T = 190\text{ °C}$  und  $T = 210\text{ °C}$ .

Die ermittelten Werte in Bild 20 lassen nur eine geringe Abhängigkeit von der Destillationsdauer für Zeiten > 11 min erkennen. Die Variante o1 mit einer Dauer von 22 min wird hier als Ausreißer (OME nicht nachweisbar) nicht weiter interpretiert. Eine Erhöhung der Ölbadtemperatur von 180 °C auf 190 °C und weiter auf 210 °C weist eine deutliche Änderung auf und wird als signifikant angesehen.

Als letzter Punkt soll untersucht werden, ob die Ergebnisse der GCMS mit den Ergebnissen des

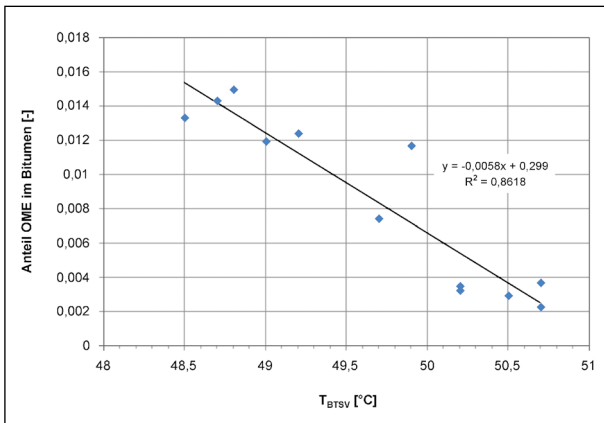


Bild 21: Korrelation zwischen der T<sub>BTSV</sub> und dem nach der Destillation verbleibenden Anteil OME im Bitumen (ermittelt mittels GCMS), unter Variation ausgewählter Destillationsbedingungen

Destillation	
1	Kolben an Rotationsverdampfer anhängen
2	Druck stufenweise auf 20 mbar verringern
3	Kolben in das auf 110 ± 5°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 190 ± 5 °C erhöhen
7	Nach Erreichen von 190 °C Zustand für 33 ± 1 min halten
8	Druck stufenweise auf Atmosphärendruck erhöhen
9	Kolben abhängen, von außen reinigen und Bestimmen der Masse

Tab. 14: Destillationsablauf mit den als optimal angesehenen Destillationsbedingungen

BTSV, konkret der T<sub>BTSV</sub>, korrelieren. Mit dieser Korrelation soll überprüft werden, ob weiterhin die aufwendigere und kostenintensivere GCMS verwendet werden muss, oder ob mit dem BTSV gearbeitet werden kann. Dabei werden in Bild 21 die Einzelergebnisse des BTSV, nicht die gemittelten Werte, den Anteilen OME im Bitumen gegenübergestellt, da auch nur diese Einzelproben mittels GCMS untersucht wurden.

Die Korrelation in Bild 21 ist mit > 86 % zwar gut, stellt aber insbesondere im Bereich > 50 °C keine befriedigende Annäherung dar. Bei einer geschätzten Spannweite von 0,001 [-] für die GCMS und 0,5 [°C] für das BTSV weisen die Ergebnisse der GCMS das plausible Resultat auf. Eine Korrelation mit den Ergebnissen des EP RuK wurde ebenfalls überprüft und führte zu einem vergleichbaren Ergebnis (hier nicht dargestellt). Aufgrund der wesentlich plausibleren Ergebnisse wird die GCMS als Prüfverfahren zum Nachweis von OME favorisiert, auf welches auch in zukünftigen Projekten nicht verzichtet werden sollte.

#### 4.1.4 Ergebnisse aus vollständigen Bitumenprüfungen

Gemäß den Ergebnissen aus Kapitel 4.1.3 werden die Destillationsbedingungen in Tabelle 14 als optimal angesehen.

In Tabelle 15 werden die für das Bitumen 50/70 erzielten Ergebnisse der Bitumenprüfungen am frischen, mit Tri destilliertem und mit OME destillier-

Prüfverfahren	Destillationsbedingungen 50/70				
	frisch	Tri	OME Standard	OME optimal	
EP RuK	[°C]	51,2	51,2	49,2	50,8
Nadelpenetration	[1/10mm]	55	51	64	55
BTSV, T <sub>BTSV</sub>	[°C]	51,3	51,5	49,4	50,8
BTSV, δ <sub>BTSV</sub>	[°]	78,7	78,1	78,3	78,2
DSR, G*	[kPa]	4,019	4,145	3,152	3,767
DSR, δ	[°]	82,6	82,0	83,0	82,4
BBR, T(S=300)	[°C]	-19,6	-20,8	-22,8	-19,8
BBR, T(m=0,3)	[°C]	-21,2	-22,0	-24,0	-22,0
KD, Länge	[mm]	1000	556	1000	1000
KD, F <sub>max</sub>	[N]	40,3	42,1	29,4	45,3
KD, W <sub>gesamt</sub>	[J/cm²]	3,4525	3,3155	2,3874	3,209
Elast. Rückst.	[%]	-	-	-	-

Tab. 15: Ergebnisse der Bitumenprüfungen am mit OME destillierten Straßenbaubitumen 50/70

Prüfverfahren	Destillationsbedingungen 50/70			
	frisch	Tri	OME Standard	OME optimal
MSCRT, R [%]	-	-	-	-
MSCRT, J <sub>nr</sub> [kPa <sup>-1</sup> ]	-	-	-	-

Tab. 15: Fortsetzung

Prüfverfahren		Destillationsbedingungen 30/45		
		frisch	Tri	OME optimal
EP RuK	[°C]	58,0	57,4	56,6
Nadelpenetration	[ <sup>1</sup> / <sub>10</sub> mm]	32	33	35
BTSV, T <sub>BTSV</sub>	[°C]	58,5	57,9	57,5
BTSV, δ <sub>BTSV</sub>	[°]	77,9	76,9	77,3
DSR, G*	[kPa]	11,185	10,335	10,290
DSR, δ	[°]	78,7	78,2	78,6
BBR, T(S=300)	[°C]	-16,2	-16,4	-17,2
BBR, T(m=0,3)	[°C]	-18,4	-18,4	-19,4
KD, Länge	[mm]	298	311	227
KD, F <sub>max</sub>	[N]	81,3	81,5	83,3
KD, W <sub>gesamt</sub>	[J/cm <sup>2</sup> ]	5,7800	6,2044	5,7836
Elast. Rückstellung	[%]	-	-	-
MSCRT, R	[%]	-	-	-
MSCRT, J <sub>nr</sub>	[kPa <sup>-1</sup> ]	-	-	-

Tab. 16: Ergebnisse der Bitumenprüfungen an mit OME destillierten Straßenbaubitumen 30/45

tem Bitumen angegeben. Die detaillierten Ergebnisse können dem Anhang 2 entnommen werden.

Die unter optimalen Destillationsbedingungen ermittelten Werte der Tabelle 15 liegen nahe an den Ergebnissen des frischen bzw. mit Tri destillierten Bitumens.

Der Vergleich der Ergebnisse OME optimal und Tri (stellt nur bedingt das zu erreichende Maß dar) führt zu folgenden Resultaten: Unter Berücksichtigung der Präzision der Verfahren sind keine Unterschiede nachzuweisen für die Ergebnisse EP RuK, DSR (|G\*|), BBR (T(S=300)), und KD (W<sub>gesamt</sub>). Die Ergebnisse Nadelpenetration, T<sub>BTSV</sub> und KD (F<sub>max</sub>) werden durch den einfachen Mittelwertvergleich als statistisch verschieden angesehen, während die Ergebnisse EP RuK und δ<sub>BTSV</sub> als gleich angesehen werden.

Die Ergebnisse für Straßenbaubitumen 30/45 am frischen, mit Tri destilliertem und mit OME unter op-

Prüfverfahren		Destillationsbedingungen 25/55-55 A		
		frisch	Tri	OME optimal
EP RuK	[°C]	59,8	59,6	57,4
Nadelpenetration	[ <sup>1</sup> / <sub>10</sub> mm]	40	39	46
BTSV, T <sub>BTSV</sub>	[°C]	54,0	55,9	53,8
BTSV, δ <sub>BTSV</sub>	[°]	72,0	70,5	71,2
DSR, G*	[kPa]	6,513	8,055	6,498
DSR, δ	[°]	73,0	71,2	72,4
BBR, T(S=300)	[°C]	-19,8	-19,6	-18,6
BBR, T(m=0,3)	[°C]	-21,8	-20,8	-19,6
KD, Länge	[mm]	814	676	947
KD, F <sub>max</sub>	[N]	62,6	67,4	51,6
KD, W <sub>gesamt</sub>	[J/cm <sup>2</sup> ]	17,0218	17,4593	16,2883
Elast. Rückstellung	[%]	75	75	77
MSCRT, R	[%]	48,4	48,8	44,2
MSCRT, J <sub>nr</sub>	[kPa <sup>-1</sup> ]	0,616	0,480	0,675

Tab. 17: Ergebnisse der Bitumenprüfungen an mit OME destillierten polymermodifizierten Bitumen 25/55-55 A

timalen Bedingungen destilliertem Bitumens zeigt Tabelle 16.

Wie auch bei 50/70 liegen die unter optimalen Destillationsbedingungen ermittelten Werte nahe an den Ergebnissen des frischen Bitumens.

Auch hier erfolgt ein Vergleich der Ergebnisse OME optimal und Tri (stellt nur bedingt das zu erreichende Maß dar). Unter Berücksichtigung der Präzision der Verfahren sind keine Unterschiede nachzuweisen für die Ergebnisse EP RuK, Nadelpenetration, T<sub>BTSV</sub>, DSR (|G\*|), BBR (T(S=300)). Die Ergebnisse der KD (Länge, F<sub>max</sub> und W<sub>gesamt</sub>) werden durch den einfachen Mittelwertvergleich als statistisch gleich angesehen, während die Ergebnisse der Nadelpenetration als verschieden angesehen werden.

In Tabelle 17 sind die erzielten Ergebnisse der Bitumenprüfungen am frischen, mit Tri destilliertem und mit OME unter optimalen Bedingungen destilliertem polymermodifizierten Bitumen 25/55-55 A dargestellt.

Wie bei den Straßenbaubitumen zuvor liegen auch hier die unter optimalen Destillationsbedingungen ermittelten Werte nahe an den Ergebnissen des frischen polymermodifizierten Bitumens. Im Vergleich zum mit Tri rückgewonnenen und damit beanspruchten polymermodifizierten Bitumens bestehen teilweise noch Unterschiede.

Unter Berücksichtigung der Präzision der Verfahren sind keine Unterschiede nachzuweisen für die Ergebnisse BBR (T(S = 300) und T(m = 0,3)) und Elastische Rückstellung. Die Ergebnisse der KD ( $W_{\text{gesamt}}$ ) werden durch den einfachen Mittelwertvergleich als statistisch gleich angesehen, während die Ergebnisse der Nadelpenetration und KD (Länge und  $F_{\text{max}}$ ) als verschieden angesehen werden.

Tabelle 18 zeigt schließlich die erzielten Ergebnisse der Bitumenprüfungen am frischen, mit Tri destilliertem und mit OME unter optimalen Bedingungen destilliertem polymermodifizierten Bitumen 40/100-65 A.

Für 40/100-65 A erreichen die unter optimalen Destillationsbedingungen ermittelten Werte nur bedingt die Ergebnisse des frischen polymermodifizierten Bitumens. Im Vergleich zum mit Tri rückgewonnenen und damit beanspruchten polymermodifizierten Bitumens bestehen signifikante Unterschiede.

Prüfverfahren	Destillationsbedingungen 40/100-65 A		
	frisch	Tri	OME optimal
EP RuK [°C]	66,2	67,4	62,6
Nadelpenetration [ $1/_{10}$ mm]	42	39	42
BTSV, $T_{\text{BTSV}}$ [°C]	54,6	57,5	53,8
BTSV, $\delta_{\text{BTSV}}$ [°]	69,5	67,9	69,2
DSR, $G^*$ [kPa]	6,521	9,857	6,780
DSR, $\delta$ [°]	71,7	69,4	71,3
BBR, T(S=300) [°C]	-19,0	-19,0	-19,4
BBR, T(m=0,3) [°C]	-18,6	-19,0	-19,2
KD, Länge [mm]	827	631	972
KD, $F_{\text{max}}$ [N]	54,1	76,0	45,8
KD, $W_{\text{gesamt}}$ [J/cm <sup>2</sup> ]	20,2591	19,3983	20,4273
Elast. Rückstellung [%]	83	83	82
MSCRT, R [%]	34,4	35,9	28,2
MSCRT, $J_{\text{nr}}$ [kPa <sup>-1</sup> ]	0,757	0,463	0,861

Tab. 18: Ergebnisse der Bitumenprüfungen an mit OME destilliertem polymermodifizierten Bitumen 40/100-65 A

Der Vergleich der Ergebnisse OME optimal und Tri (stellt nur bedingt das zu erreichende Maß dar) führt zu folgenden Resultaten: Unter Berücksichtigung der Präzision der Verfahren sind keine Unterschiede nachzuweisen für die Ergebnisse BBR (T(S=300) und T(m = 0,3)) und Elastische Rückstellung. Die Ergebnisse Nadelpenetration und KD (Länge und  $F_{\text{max}}$ ) werden durch den einfachen Mittelwertvergleich als statistisch verschieden angesehen, während die Ergebnisse KD ( $W_{\text{gesamt}}$ ) als gleich angesehen werden.

Zur Verdeutlichung der zuvor dargestellten Ergebnisse sind in Tabelle 19 die Abweichung der Ergebnisse der unter optimalen Bedingungen mittels OME rückgewonnenen Bitumen zu den mit Tri rückgewonnenen Bitumen dargestellt. Die für Kontrollprüfungen relevanten Prüfverfahren EP RuK und Elastische Rückstellung sind grau hinterlegt. Zusätzlich ist die Präzision der Verfahren, soweit bekannt, unter Wiederholbedingungen angegeben.

Tabelle 19 zeigt, dass für die Straßenbaubitumen die Rückgewinnung mit OME nur geringe Abweichungen von der Rückgewinnung mit Tri auftreten.

Für die als relevant angesehenen Ergebnisse EP RuK, Nadelpenetration,  $T_{\text{BTSV}}$ , BBR(T(S = 300)) und Elast. Rückstellung liegen für die beiden Straßenbaubitumen 5 von 8 Ergebnissen innerhalb der Prüfpräzision.

Für die beiden polymermodifizierten Bitumen sind die Abweichungen deutlich größer. Hier liegen 2 (Elastische Rückstellung) von 10 Ergebnissen innerhalb der Prüfpräzision.

Überprüfungen mittels GCMS zeigen, dass in keiner Probe OME nachweisbar ist (40/100-65 A mehrfach überprüft). Ein Unterschied von  $\sim 5$  °C im EP RuK würde für 50/70 einen Anteil OME im Bitumen von  $\sim 0,02$  bedeuten. Überträgt man dieses Ergebnis auf 40/100-65 A, wäre OME deutlich nachweisbar.

Die Schlussfolgerung dieser Ergebnisse ist, dass OME vermutlich die Polymere in den polymermodifizierten Bitumen angreift bzw. unter diesen Bedingungen stärker angreift als Tri. Allgemein weisen die Ergebnisse der Prüfverfahren im hohen Temperaturbereich stärkere Abweichungen auf gegenüber den Ergebnissen im mittleren oder tiefen Temperaturbereich. Zusätzlich weisen diese Abweichungen eine Tendenz mit steigendem Anteil an Polymeren im Bitumen auf.



Prüfverfahren		50/70	30/45	25/55-55 A	40/100-65 A	Präzision
EP RuK	[°C]	-0,4	-0,8	-2,2	-4,8	1
Nadelpen.	[ <sup>1</sup> / <sub>10</sub> mm]	+4	+2	+7	+3	2
BTSV	T <sub>BTSV</sub> [°C]	+0,7	-0,4	-2,1	-3,7	0,5/1
	δ <sub>BTSV</sub> [°]	+0,1	+0,4	+0,7	+1,3	-
DSR	G* [kPa]	-0,378	0	-1,557	-3,077	10 % 0,3 – 0,4
	δ [°]	+0,4	+0,4	+1,2	+1,9	-
BBR	T(S=300) [°C]	-2,5	-0,4	-2,8	1,6	1
	T(m=0,3) [°C]	0	-1,0	+1,2	-0,2	3
KD	Länge [mm]	444	-84	+271	+341	-
	F <sub>max</sub> [N]	3,2	1,8	-15,8	-30,2	-
	W <sub>gesamt</sub> [J/cm <sup>2</sup> ]	-0,1065	-0,4208	-1,171	+1,029	0,11
Elast. Rückstellung	[%]	-	-	+2	-1	4 % 3 – 4
MSCR-Test	R [%]	-	-	-4,6	-7,7	-
	J <sub>nr</sub> [kPa <sup>-1</sup> ]	-	-	+0,195	+0,398	-

Tab. 19: Differenz der Ergebnisse der mit OME rückgewonnenen und mit Tri rückgewonnenen Bindemittel

Additiv/Stoff	Lösemittel	Anlösung nach 24 Stunden
Polymer, Kraton 1101, SBS	OME	vollständig aufgelöst
Polymer, Kraton 1101, SBS	Tri	vollständig aufgelöst
Polymer, DuPont, Elvaloy 5170, RET	OME	leicht aufgequollen
Polymer, DuPont, Elvaloy 5170, RET	Tri	stark aufgequollen
Plastikrecycling-Material	OME	keine Veränderung
Additiv für Altgummi, Genan, Vestenamer 80012	OME	keine Veränderung
Gummigranulat, Genen, 0,2-0,8 mm	OME	keine Veränderung (Partikel schwimmen in OME)
Kunststoffgranulat, Plastomer, Systec Plastics GmbH, Systalen 11404	OME	keine Veränderung
Viskositätsveränderndes Additiv, Licomont	OME	keine Veränderung
Viskositätsveränderndes Additiv, Sasobit	OME	keine Veränderung
Viskositätsveränderndes Additiv, Asphaltan B	OME	keine Veränderung
Viskositätsveränderndes Additiv, Lucowax	OME	keine Veränderung

Tab. 20: Überprüfte Additive bzw. Stoffe bzgl. ihrer Löslichkeit in Lösemittel

Durch den Einsatz einer höheren Temperatur wird in der Destillation mit OME gegenüber der Destillation mit Tri mehr Reaktionsenergie zur Verfügung gestellt, was möglicherweise zu einer verstärkten Reaktion des Lösemittels mit den Polymeren führt.

Zur Verifikation dieser Schlussfolgerungen werden einfache Löslichkeitsversuche von Additiven durchgeführt.

#### 4.1.5 Löslichkeit von Additiven

Weil die Ergebnisse der Destillationsversuche an den polymermodifizierten Bitumen unstimmtig sind

bzgl. der konventionellen und Performance-Prüfungen mit den Ergebnissen der GCMS, wird mit einem einfachen Verfahren untersucht, ob und in welchem Maße OME Additive, wie z. B. Polymere, anlässt.

Dazu werden geringe Mengen des Additivs in einen Messzylinder oder Kolbenglas gegeben, mit OME überdeckt und jeweils für mindestens 24 Stunden unter einem Abzug abgestellt. Zusätzlich werden einige Varianten mit Tri überdeckt und ebenfalls mindestens 24 Stunden gelagert. In Tabelle 20 sind die überprüften Additive, die Lösemittel und die visuelle Löslichkeit dargelegt.

Tabelle 21 veranschaulicht, dass die beiden überprüften Polymere von beiden Lösemitteln Tri und OME stark angegriffen werden. Für die weiteren

Additive bzw. Stoffe kann visuell keine Veränderung festgestellt werden.

			
Polymer, Kraton 1101, OME	Polymer, Kraton 1101, Tri	Polymer, DuPont, Elvaloy 5170, OME	Polymer, DuPont, Elvaloy 5170, Tri
			
Plastikrecycling-Material, OME	Additiv für Altgummi, Genan, Vestenamer 80012, OME	Gummigranulat, Genan, 0,2 – 0,8 mm, OME	Kunststoffgranulat, Plastomer, Systec Plastics GmbH, Systalen 1140, OME
			
Viskositätsveränderndes Additiv, Licomont, OME	Viskositätsveränderndes Additiv, Sasobit, OME	Viskositätsveränderndes Additiv, Asphaltan B, OME	Viskositätsveränderndes Additiv, Lucowax, OME

Tab. 21: Fotos der gelösten Additive bzw. Stoffe im jeweiligen Lösemittel

Diese Betrachtungen stellen lediglich einen ersten Hinweis auf mögliche Veränderungen von Additiven bei Kontakt mit OME dar und sollten systematisch weiter untersucht werden.

#### 4.1.6 Zusammenfassung

Die Destillation von OME ist soweit optimiert, dass keine Spuren von OME im verbleibenden Bitumen nachweisbar sind.

Zur Minimierung des Anteils OME im Bitumen ist wie folgt vorzugehen:

Gegenüber der Standard-Destillation werden in der zweiten Destillationsstufe die Ölbadtemperatur von 160 °C auf 190 °C erhöht und die Dauer dieser Stufe auf 33 min verlängert. Die Destillationsdauer erhöht sich so von ca. 36 auf ca. 58 min, ohne Berücksichtigung der Temperierphasen des Ölbad. Bei dieser Methode ist zu beachten, dass bei polymermodifizierten Bitumen Polymere angelöst werden können und damit ihre Wirksamkeit vermindert werden kann.

Unter besonderen Umständen kann es nötig sein, die Destillationsdauer so kurz wie möglich zu halten. Soll z. B. nur der Bindemittelgehalt mit dem Rückgewinnungsverfahren bestimmt werden, ist ein verkürztes Verfahren möglich. Dazu wird gegenüber der Standard-Destillation lediglich in der zweiten Destillationsstufe die Temperatur des Ölbad von 160 °C auf 180 °C erhöht. Die Destillationsdauer bleibt bei ca. 36 min (ohne Berücksichtigung der Temperierphasen). Bei diesem Vorgehen muss unbedingt berücksichtigt werden, dass OME (nachweislich) im Bitumen verbleibt und sich z. B. der EP

RuK verringert. Für das hier eingesetzte Bitumen 50/70 verringern sich die Zahlenwerte der Prüfverfahren EP RuK bzw.  $T_{BTSV}$  gegenüber einer Extraktion mit Trichlorethylen um 1,4 K bzw. 1,0 K.

## 4.2 Optimierung der Extraktionsdauer

Die Beschreibung der Optimierung der Extraktionsdauer umfasst zunächst die Modifikationen des Asphaltanalysators, Hinweise zum Lösemittel und die Vorstellung der eingesetzten Asphalte. Es folgen die Untersuchungen unter Variation der einzelnen und kombinierten Extraktionsbedingungen mit Vorstellung der Ergebnisse. Abschließend werden die optimierten Extraktionsbedingungen zusammengefasst.

### 4.2.1 Modifikation am Asphaltanalysator

Nach Modifikation der Hard- und Software der am ISBS vorhandenen Extraktionsanlage durch den Hersteller infratest Prüftechnik GmbH kann das Lösemittel für den Waschvorgang wahlweise aus dem internen Vorratsbehälter oder aus einem externen Tank angesaugt werden.

Bild 22 zeigt die überarbeitete Anlage mit dem externen Tank (links) und die geöffnete Anlage (rechts), u. a. mit dem internen Vorratsgefäß.

Weiterhin besteht der Destillationsturm (Bild 22, rechts) nach Überarbeitung zum Teil aus Glas, sodass der Destillationsvorgang von oben besser betrachtet werden kann.

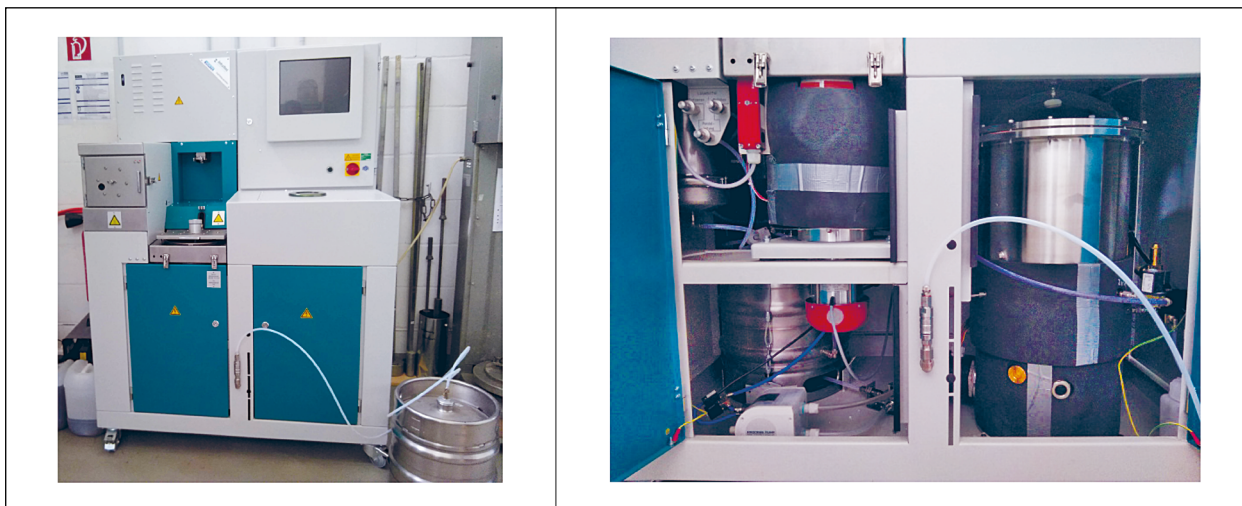


Bild 22: Überarbeitete Extraktionsanlage mit externen Tank (links) und Einsicht bei geöffneten Türen (rechts)



Zusätzlich sind die Parameter für die Waschkamertemperaturen beim Waschen und Trocknen sowie der Waschkammerdruck während des Trocknens als in Grenzen frei wählbare Parameter konfiguriert. Die aktuelle Parameterliste kann Tabelle 22 entnommen werden.

Der Programmablauf einer Extraktion gliedert sich prinzipiell in fünf Phasen, welche in Tabelle 23 beschrieben werden.

Ein kompletter Extraktionsvorgang aus dem Kaltstart dauert somit ungefähr 167 Minuten = 2 Stunden.

PNr	Parameter	Einheit	Walzasphalt	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_Sumpfunten) >= 3003 für Wechsel von Aktiv --> Ber	°C	5	5
3405	Trocknungsdruck Einschaltpunkt	hPa	900	900
3406	Trocknungsdruck Ausschaltpunkt	hPa	800	800
3601	Entnahme Wartezeit	sec	20	20
3604	Autom. Entnahmezeit	sec	270	270
3607	Nach Entn. Spülen Pause	sec	20	20
3608	Entnahmedruck (X < 100 = AUS)	hPa	300	300
3610	Altwarenentnahme in Trocken+FriBlasen aktivieren	0/1	0	0
5001	1. Programmschritt	-	1 x LWg	5 x LWg
5002	2. Programmschritt	-	5 x Spl	5 x LWg
5003	3. Programmschritt	-	1 x LWg	5 x Spl
5004	4. Programmschritt	-	5 x Spl	5 x Spl
5005	5. Programmschritt	-	1 x LWg	5 x LWg
5006	6. Programmschritt	-	5 x Spl	5 x Spl
5007	7. Programmschritt	-	1 x LWg	5 x Wg
5008	8. Programmschritt	-	5 x Spl	5 x Spl
5009	9. Programmschritt	-	1 x AWg	2 x AWg
9302	Standard Temp Wk Hk unten	°C	80	80
9304	Standard Temp Wk Hk oben	°C	80	80
9312	Trocknung Temp Wk Hk unten	°C	160	160
9314	Trocknung Temp Wk Hk oben	°C	130	130
9315	max. Lösemittel Temp. [Standard]	°C	65	65
9316	max. Lösemittel Temp. [Trocknung]	°C	130	130
9402	Standard Temperatur Zentrifuge	°C	140	140

Tab. 22: Erweiterte Parameter für die automatisierte Extraktion mit OME als Lösemittel

Extraktionsphase	Dauer
<b>Komponententest</b>	
Der Komponententest dauert ca. 3,5 Minuten und kann nicht beeinflusst werden.	3,5 min
<b>Vorbereiten</b>	
Das Vorbereiten aus dem Kaltstart dauert ca. 20 Minuten, im Warmzustand ca. 3 Minuten. Es wird gewartet, bis eine Temperatur in der Dampfheizung von ca. 130 °C erreicht ist (alle anderen Bedingungen werden schneller erreicht). In dieser Phase besteht keine Eingriffsmöglichkeit.	20 min bzw. 3 min
<b>Programmschritte 1 bis 9</b>	
Die Programmschritte bestehen im Regelfall aus einem Lösewaschgang und fünf Spülwaschgängen und können bis zu 4mal wiederholt werden. Während eines Lösewaschgangs, dem eigentlichen Waschvorgang, erfolgt zunächst ein Fluten der Waschkammer für 40 Sekunden, gefolgt von einem 10 minütigem Waschgang (Rotation der Waschtrommel und Ultraschallbetrieb). Anschließend wird das Bitumen/Lösemittelgemisch in die Zentrifuge abgelassen. Dieser Vorgang (Ablassen) dauert so lange, bis keine wesentlichen Mengen mehr aus der Waschkammer fließen (über Sensor kontrolliert) und kann bis zu 15 Minuten dauern. Meistens wird dieser Vorgang nach 3 – 4 Minuten abgeschlossen. Es folgen fünf Spülvorgänge, bei dem kleine Lösemittelmengen in die Waschkammer gespritzt werden und gleich wieder ablaufen. Für jeden Spülvorgang ist eine Minute vorgesehen, wobei aber oftmals nur ca. 30 Sekunden benötigt werden. Vor dem Start des nächsten Lösewaschgangs wird noch auf einen Sensor an der Zentrifuge gewartet, damit diese vollständig entleert ist. Dieser Vorgang fällt unterschiedlich lang aus, im Regelfall ca. 2 – 3 Minuten. Die Programmschritte werden mit einem Aufheizwaschgang beendet, welcher eine erhöhte Waschttemperatur von 130 °C statt 80 °C einsetzt, sonst aber einem Lösewaschgang entspricht. Es folgen keine Spülvorgänge.	5 x 15,7 min
<b>Trocknen</b>	
Die Trocknungsphase der Gesteine in der Waschtrommel dauert im Regelfall 60 Minuten und kann variiert werden.	60 min
<b>Belüften</b>	
Die letzte Phase, das Belüften, dauert 5 Minuten und wird nicht variiert.	5 min
Summe	167 min bzw. 150 min

Tab. 23: Erläuterungen der Extraktionsphasen des Asphaltanalysators, Standard-Extraktion nach ALISOV & WISTUBA (2015)

den und 47 Minuten. Aufgrund der Wartezeiten auf interne Sensoren kann keine feste Dauer angegeben werden.

Nach eigenen Erfahrungen kann sich die gesamte Dauer teilweise auf bis zu 3,5 Stunden erhöhen. Unter Einbeziehung der maximal möglichen Wartezeiten kann eine Extraktion theoretisch bis zu 440 Minuten = 7 Stunden und 20 Minuten dauern, was in der Praxis aber noch nicht aufgetreten ist.

Die wesentlichen Eingriffsmöglichkeiten für eine beschleunigte Extraktion stellen somit die Anzahl der Waschvorgänge (Dauer: jeweils ~15 Minuten) und die Trocknungsphase (Dauer: 60 Minuten) dar.

#### 4.2.2 Lösemittel

Da beim derzeit einzigen Vertreiber vom OME in Deutschland, der Gährungschemie Dessau, zum

Forschungszeitpunkt kein frisches OME zu kaufen ist, wird das OME aus den vorhandenen Beständen ggf. destilliert und homogenisiert. Dieses Material (ca. 35 Liter) stellt das Ausgangslösemittel für die Untersuchungen zur Stabilität dar.

Eine Probe des frischen Lösemittels wird für GCMS-Analysen der Biolab Umweltanalysen GmbH überstellt.

Für die chemische Analyse ist es notwendig, die Anzahl der Umläufe des Lösemittels festzuhalten, damit regelmäßig Proben entnommen werden können. Dazu wird ein Lösemittelplan aufgestellt. Nach 10, 15, 20 und weiteren Umläufen können Proben entnommen und auf ihre chemische Stabilität untersucht werden.

Testläufe nach diesem System zeigen jedoch, dass für einen Standard-Durchlauf der Extraktion ca. 15 Liter OME benötigt werden. Der externe Tank kann

mit ca. 25 Liter OME gefüllt werden. Dies bedeutet, dass mit einer Füllung des externen Tanks lediglich eine vollständige Extraktion durchgeführt werden kann. Danach ist der interne Tank zu leeren und der externe Tank wieder zu füllen, unter Einsatz von Zwischentanks. Dieser Umfüllvorgang muss mit ca. 60 Minuten angesetzt werden.

Es wird als wesentlich effektiver angesehen, wie bisher den internen Tank zu füllen und im Kreislauf zu nutzen. Das Lösemittel jedes Extraktionsvorgangs wird auf diese Weise zwar mit den verbleibendem Lösemittel des internen Tanks verdünnt, jedoch kann die Anzahl der Extraktionen wesentlich höher ausfallen. So werden über 100 Extraktionsvorgänge mit dem eingesetzten Lösemittel ausgeführt. Die Anzahl der untersuchten Proben kann ebenfalls erhöht werden, sodass z. B. nach 10, 20, 40, 60, 80, 100 usw. Extraktionen das Lösemittel untersucht werden kann.

#### 4.2.3 Asphaltmischgut

Für die Optimierung der Extraktionsdauer wird die Asphaltart AC 11 D S eingesetzt. Das Material wird im Labor des ISBS gemischt. Als Gestein kommt ein Gabbro aus Bad Harzburg zum Einsatz, als Füller dient ein Kalksteinmehl aus Hehlen.

Die Aufbereitung aller Gesteine – mit Ausnahme des Füllers – beinhaltet Nasssiebung, Waschen sowie anschließende Trockensiebung zur Auftrennung der entsprechenden Kornklassen.

Als Bitumen kommt das bereits für die Optimierung des Destillationsvorgangs genutzte 50/70 zum Einsatz.

Die Zusammensetzung des Asphalts ist in Tabelle 24 dargestellt.

Eingesetzte Baustoffe		Kalksteinmehl, Gabbro, 50/70
Bindemittelgehalt	M.-%	6,0
Grobe GK 8,0 – 11,2 mm	M.-%	22,0
Grobe GK 5,6 – 8,0 mm	M.-%	10,0
Grobe GK 2,0 – 5,6 mm	M.-%	21,0
Feine GK 1,0 – 2,0 mm	M.-%	15,6
Feine GK 0,25 – 1,0 mm	M.-%	15,6
Feine GK 0,125 – 0,25 mm	M.-%	4,3
Feine GK 0,063 – 0,125 mm	M.-%	3,5
Füllergehalt < 0,063 mm	M.-%	8,0

Tab. 24: Zusammensetzung der für die Optimierung eingesetzten Mischgutsorte AC 11 D S

Insgesamt werden ~160 kg Mischgut untersucht und zu je 1.100 g auf Blechdeckeln portioniert. Die Proben werden bis zur Prüfung dunkel, bei gleichbleibender Temperatur von ca. 20 °C gelagert.

#### 4.2.4 Ergebnisse der Extraktionen

Als Basis der Optimierung gelten die Extraktionsbedingungen von ALISOV & WISTUBA (2015).

Zur Überprüfung der Wirksamkeit der in Kapitel 3.2.2 beschriebenen Optimierungsphasen werden der lösliche Bindemittelgehalt (Differenz- und Rückgewinnungsverfahren, jeweils ohne unlösliche Anteile) und die Korngrößenverteilung (relevante Anteile) herangezogen.

Die Destillationsbedingungen werden von ALISOV & WISTUBA (2015) übernommen (Standard-Destillation), da somit eine verkürzte Destillationsdauer erreicht wird. Danach kann der Einfluss auf den Bindemittelgehalt auf < 0,1 M.-% abgeschätzt werden und wird als vernachlässigbar angesehen.

Noch vor den ersten Untersuchungen zur Dauer der Extraktion wird empfohlen, vor der ersten Extraktion am Morgen einen Null-Durchlauf durchzuführen. Dazu kann ein Programm gestartet werden, in dem nur Lösewaschgänge durchgeführt werden. Die Dauer beträgt ca. 50 min und könnte z. B. nach einer Software-Modifikation per Zeitschaltuhr vor Arbeitsbeginn starten. Die Vorteile dieses Vorgehens wären

- eine schnellere erste Extraktion, da die Maschine bereits warm ist,
- eine tägliche Reinigung des Asphaltanalysators von möglichen Bitumenresten und
- ein Funktionstest vor Arbeitsbeginn.

Ein solcher Null-Durchlauf wird in diesem Projekt an jedem Tag durchgeführt, um einheitliche Startbedingungen zu gewährleisten.

#### A Vorwärmen des Asphaltmischguts

Eine Übersicht zu den durchgeführten Varianten mit den Ergebnissen zum Bindemittelgehalt und zur Korngrößenverteilung (alle Ergebnisse 3-fach belegt) enthält Tabelle 25. Die größten Abweichungen vom Soll-Wert sind jeweils grau hinterlegt. Die detaillierten Ergebnisse können dem Anhang 3 entnommen werden.

Variante	Temperatur Mischgut	Anzahl Waschgänge	Bindemittelgehalt		Füller	Sand	Splitt
			Differenz	Rückgewinnung			
[-]	[°C]	[-]	[M.-%]	[M.-%]	[M.-%]	[M.-%]	[M.-%]
Soll	-	-	6,0	6,0	8,0	39,0	53,0
Standard	~ 20	5	5,94	5,91	8,2	39,1	52,7
a – 1	40	4	5,99	5,95	7,9	38,4	53,7
a – 2		3	6,00	5,74	7,2	39,2	53,5
a – 3		2	6,01	5,75	7,2	39,6	53,2
a – 4	60	4	5,90	5,76	7,3	38,2	54,5
a – 5		3	6,22	5,95	7,3	40,7	51,9
a – 6		2	6,21	5,93	6,8	41,3	51,9
a – 7	80	4	5,93	5,79	7,6	38,7	53,7
a – 8		3	6,04	5,85	7,5	39,1	53,4
a – 9		2	6,18	5,47	6,7	39,6	53,7

Tab. 25: Varianten zur Optimierung des Extraktionsprozesses, Vorwärmen des Mischguts



Bild 23: Rückstände von Füller und Bitumen in der Waschkammer nach Extraktion mit 2 Waschgängen und einer jeweiligen Dauer von ca. 15,7 min

Die Ergebnisse der Tabelle 25 zeigen zunächst erfreulich geringe Abweichungen des Bindemittelgehaltes und der Korngrößenverteilung von den Soll-Werten bzw. der Standardextraktion mit OME. Bei der Extraktion mit 2 Waschgängen muss jedoch

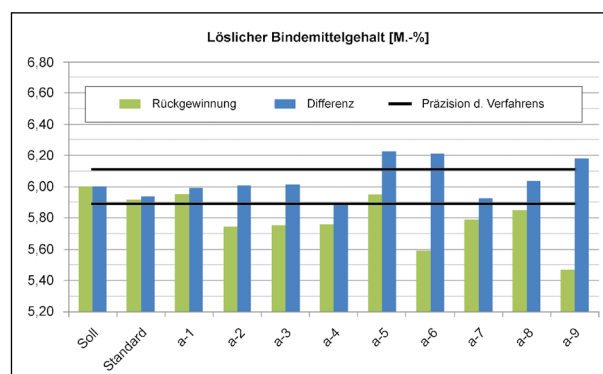


Bild 24: Ergebnisse der Extraktion: Resultierender löslicher Bindemittelgehalt unter Variation der Vorwärmung des Mischguts und der Reduzierung der Waschgänge

darauf hingewiesen werden, dass nach der Extraktion in der Waschkammer deutliche Füller- und Bitumenreste zurück bleiben (siehe Bild 23). Diese Varianten sind daher nur unter Vorbehalt zu betrachten. Wie bereits bei ALISOV & WISTUBA festgestellt, verbleiben generell mehr Fülleranteile in der Waschkammer. Da OME eine niedrigere Dichte als Tri aufweist, wird generell weniger Füller weggespült.

Die unter den oben genannten Bedingungen erzielten löslichen Bindemittelgehalte sind in Bild 24 dargestellt. Als Vergleichswert gelten die Soll-Werte sowie die erzielten Ergebnisse mittels Standard-Extraktion.

Eine exakte Bestimmung des unlöslichen Anteils ist nicht Teils des Forschungsprojektes. Dazu müssten umfangreiche Untersuchungen an unterschiedli-

chen Asphaltarten bei Variation des Füllergehalts durchgeführt werden.

Neben dem löslichen Bindemittelgehalt ist in Bild 24 die Spannweite eingezeichnet, welche sich durch die Präzision des Verfahrens ergibt. Der Soll-Wert liegt bei 6,0 M.-% bei einer Präzision unter Wiederholbedingungen von  $\pm 0,11$  M.-%. Varianten, die innerhalb dieser Spannweite liegen, können als gleich angesehen werden (prüftechnisch nicht zu unterscheiden), außerhalb liegende Varianten weisen einen signifikant niedrigeren Bindemittelgehalt auf.

Die bereits angesprochenen Varianten mit 2 Waschgängen (a-3, a-6 und a-9) weisen die geringsten Bindemittelgehalte auf und können somit für eine Optimierung ausgeschlossen werden.

Die Varianten mit 3 Waschgängen (a-2, a-5 und a-8) weisen nur für die Variante a-5 einen plausiblen Bindemittelgehalt auf und stellen somit einen möglichen Ansatz dar.

Bei den Varianten mit 4 Waschgängen (a-1, a-4 und a-7) erzeugt lediglich die Variante a-1 ein zufriedenstellendes Ergebnis. Die Varianten a-4 und a-7 liegen auf einem niedrigeren Niveau.

Die statistische Varianzanalyse (Tabelle 26) weist weder die Einflussgröße der Vorwärm-Temperatur noch die Anzahl der Waschgänge als signifikant aus. Lediglich Wechselwirkungen aus beiden Einflussgrößen sind zu 14,3 % signifikant. Insgesamt stellt der Fehler, also zufällige Streuungen, mit 85,7 % den größten Faktor dar.

Es kann festgehalten werden, dass die Varianten a-1 (40 °C und 4 Waschgänge) und a-5 (60 °C und 3 Waschgänge) den Bindemittelgehalt über die Rückgewinnung korrekt ermitteln.

Betrachtet man das Differenzverfahren, treten teilweise sehr große Unterschiede zum Rückgewinnungsverfahren auf. Bei wenigen Waschgängen wird offensichtlich nicht alles Bitumen aus der Probe gewaschen und verbleibt am Gestein bzw. Füller. Dies sollte für das Differenzverfahren keine Auswirkungen haben, da die Menge Bitumen dem Gestein zugerechnet wird und der Bindemittelgehalt entsprechend niedriger ausfällt. Die erzielten Ergebnisse weisen aber insbesondere bei wenigen Waschgängen (a-3, a-6 und a-9) eine starke Differenz zwischen beiden Verfahren auf. Offensichtlich fehlt bei der Berechnung nach dem Differenzverfahren eine gewisse Menge an Gestein. Ein Verlust innerhalb der Waschtrommel wird ausgeschlossen. Ebenso wird ausgeschlossen, dass aus der Zentrifuge Füller in die Destillation läuft und rückgewonnen wird.

Eine dreifache Überprüfung des Aschegehaltes am rückgewonnenen Bitumen ergibt einen unauffälligen, mittleren Wert von 0,23 M.-%. Daher ist der Weg von der Waschkammer zur Zentrifuge zu untersuchen. Es wird vermutet, dass der Schlauch ein so schwaches Gefälle aufweist, dass Füllerreste im Schlauch verbleiben. Weiterhin ist es möglich, dass am Auslauf der Waschkammer Füllerreste nicht weggespült werden. Ursächlich ist die verhältnismäßig geringe Dichte des OME. Damit können zwei Fälle auftreten:

- a) Die verbleibenden Rest müssten im nächsten Extraktionsvorgang wieder angelöst und mitgenommen werden, sodass immer die gleiche Menge Füller liegen bleibt und nach dem ersten Extraktionsvorgang korrekte Mengen ermittelt werden.

Einflussgrößen: 2 A – Temperatur:3 Gruppen B – Waschgänge:3 Gruppen Ergebnis: BRück, 3fach belegt										
Berechnung erfolgt nach Modell I mit festen Effekten										
Ursache	SQ	FG	MQ	Fdach	F1	F2	F	H0-Hypothese	Var. Komp.	Var.-%
A	1,5583E3	2	7,79148E2	4,921E-1	2	18	3,55	ja	-8,936626E1	-
B	7,23874E3	2	3,61937E3	2,286	2	18	3,55	ja	2,262140E2	-
AB	9,51059E3	4	2,37765E3	1,502	4	18	1,00	nein	2,647346E2	14,3
Fehler	2,85020E4	18	1,58344E3	-	-	-	-	-	1,583444E3	85,7
Total	4,68096E4	26	-	-	-	-	-	-	1,848179E3	100,0

Tab. 26: Ergebnis der zweifachen Varianzanalyse auf die Gesamtvariabilität des Bindemittelgehaltes, Rückgewinnungsverfahren, bzgl. der Einflussgrößen Vorwärmen des Mischguts und Anzahl der Waschgänge

b) Bei jedem Durchgang setzt sich Füller im Schlauch ab, sodass dieser letztendlich verstopfen müsste. Dieses Phänomen wird nicht beobachtet.

Im Versuchsprogramm kann Fall a) nicht beobachtet werden, da oftmals nur eine Extraktion am Tag stattfindet (unter Beobachtung zum raschen Eingreifen im Havariefall). Dabei wird auch jeden Tag zu Beginn ein Nulldurchlauf durchgeführt, der alle Füllerreste ausspült. Die Füllerreste verbleiben dann in der Zentrifugenhülse, sind aber so gering, dass sie nicht weiter beachtet werden.

Tests an einer Probe mit drei Extraktionen nacheinander, ohne Nulldurchlauf, bestätigen diesen Fall. Das Differenzverfahren weist im zweiten und dritten Durchlauf nur geringe Unterschiede zum Rückgewinnungsverfahren auf. Weiterhin wird nach Abschluss dieser Extraktionen die Zentrifugenhülse nach dem Nulldurchlauf gewogen und eine Füllermenge von ca. 1 g festgestellt. Damit ist belegt, dass im Rahmen von Standard-Extraktionen nach einem Null-Durchlauf der Bindemittelgehalt nach dem Differenzverfahren um mindestens 0,1 M.-% über dem des Rückgewinnungsverfahrens liegt. Werden weniger Waschgänge angesetzt, vergrößert sich die Differenz zwischen beiden Methoden.

Daher wird zu diesem Punkt eine konstruktive Veränderung des Asphaltanalysators empfohlen. Die Neigung der Waschkammer und auch das Gefälle im Schlauch sollten erhöht werden, sodass sichergestellt wird, dass das Bitumen/Füller/Lösemittelgemisch komplett in die Zentrifuge gelangt.

Die Korngrößenverteilungen der Varianten a-1 bis a-9 sind in Bild 25 dargestellt. Es sind keine gravierenden Abweichungen von der Soll-Sieblinie zu erkennen.

Die Anteile Füller, Sand und Splitt werden im Folgenden einzeln betrachtet. Bild 26 zeigt den Füllergehalt der untersuchten Varianten a-1 bis a-9. Zusätzlich ist die Spannweite eingezeichnet, welche sich durch die Präzision des Verfahrens ergibt. Der Soll-Wert liegt bei 8,0 M.-% bei einer Präzision unter Wiederholbedingungen von  $\pm 0,3$  M.-%. Varianten, die innerhalb dieser Spannweite liegen, können als gleich angesehen werden, außerhalb liegende Varianten weisen einen signifikant niedrigeren Füllergehalt auf.

Bild 26 zeigt, dass lediglich die Variante a-1 den ursprünglichen Füllergehalt aufweist. Trotz der 4 Wa-

schgänge (a-1, a-4 und a-7) liegen die Varianten a-4 und a-7 auf einem niedrigeren Niveau.

Die Varianten mit 2 Waschgängen (a-3, a-6 und a-9) weisen die geringsten Füllergehalte auf. Die Varianten mit 3 Waschgängen (a-2, a-5 und a-8) liegen etwas darüber, sind aber noch signifikant geringer als die Soll-Werte.

Die statistische Varianzanalyse (Tabelle 27) weist die Einflussgröße der Anzahl der Waschgänge mit 54,1 % als signifikant aus. Die Wechselwirkungen aus beiden Einflussgrößen sind zu 14,2 % signifikant. Der Fehler, also zufällige Streuungen, stellt mit 31,7 % den zweitgrößten Faktor dar.

Bild 27 zeigt den Sandgehalt (0,063 mm – 2,0 mm) der untersuchten Varianten a-1 bis a-9. Auch hier ist die Spannweite eingezeichnet, welche sich durch die Präzision des Verfahrens ergibt. Der Soll-Wert liegt bei 39,0 M.-% bei einer Präzision unter Wieder-

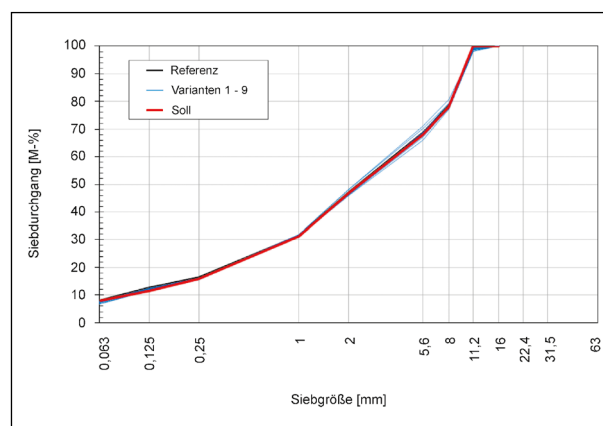


Bild 25: Ergebnisse der Extraktion – Korngrößenverteilungen der Varianten a-1 bis a-9 unter Variation der Vorwärmung des Mischguts und der Reduzierung der Waschgänge

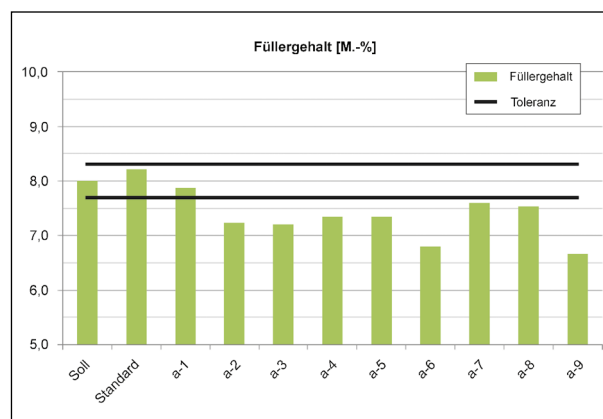


Bild 26: Ergebnisse der Extraktion – Füllergehalt der Varianten a-1 bis a-9 unter Variation der Vorwärmung des Mischguts und der Reduzierung der Waschgänge

Einflussgrößen: 2 A – Temperatur:3 Gruppen B – Waschgänge:3 Gruppen Ergebnis: Füller, 3fach belegt										
Berechnung erfolgt nach Modell I mit festen Effekten										
Ursache	SQ	FG	MQ	Fdach	F1	F2	F	H0-Hypothese	Var. Komp.	Var.-%
A	3,51852E1	2	1,75926E1	2,436	2	18	3,55	ja	1,152263	-
B	2,36519E2	2	1,18259E2	1,637E1	2	18	3,55	nein	1,233745E1	54,1
AB	6,77037E1	4	1,69259E1	2,344	4	18	1,00	nein	3,234568	14,2
Fehler	1,30000E2	18	7,22222	-	-	-	-	-	7,22222	31,7
Total	4,69407E2	26	-	-	-	-	-	-	2,279427E1	100,0

Tab. 27: Ergebnis der zweifachen Varianzanalyse auf die Gesamtvariabilität des Füllergehaltes bzgl. der Einflussgrößen Vorwärmen des Mischguts und Anzahl der Waschgänge

Einflussgrößen: 2 A – Temperatur: 3 Gruppen B – Waschgänge: 3 Gruppen Ergebnis: Sand, 3-fach belegt										
Berechnung erfolgt nach Modell I mit festen Effekten										
Ursache	SQ	FG	MQ	Fdach	F1	F2	F	H0-Hypothese	Var. Komp.	Var.-%
A	5,33407E2	2	2,66704E2	1,331	2	18	3,55	ja	7,370370	-
B	1,53385E3	2	7,66926E2	3,8281	2	18	3,55	nein	6,295062E1	23,9
AB	5,10815E2	4	1,27704E2	6,373E-1	4	18	1,00	ja	-2,422222E1	-
Fehler	3,60667E3	18	2,00370E2	-	-	-	-	-	2,003704E2	76,1
Total	6,18474E3	26	-	-	-	-	-	-	2,633210E2	100,0

Tab. 28: Ergebnis der zweifachen Varianzanalyse auf die Gesamtvariabilität des Sandgehaltes bzgl. der Einflussgrößen Vorwärmen des Mischguts und Anzahl der Waschgänge

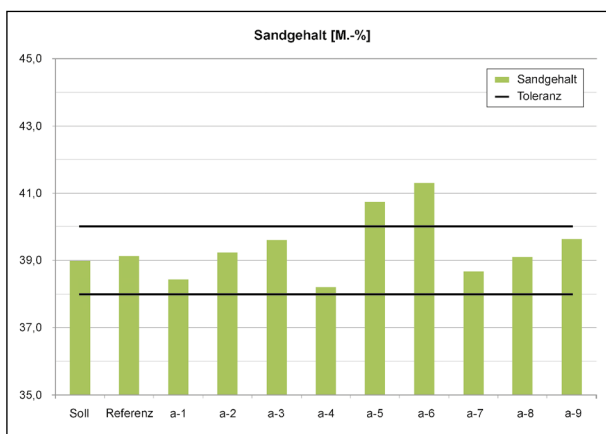


Bild 27: Ergebnisse der Extraktion: Sandgehalt der Varianten a-1 bis a-9 unter Variation der Vorwärmung des Mischguts und der Reduzierung der Waschgänge

holbedingungen von ±1,0 M.-%. Varianten, die innerhalb dieser Spannweite liegen können als gleich angesehen werden, außerhalb liegende Varianten weisen einen signifikant niedrigeren Sandgehalt auf.

Bezüglich des Sandgehalts können alle Varianten, mit Ausnahme der Varianten a-5 und a-6, als geeignet angesehen werden, siehe Bild 27. Es fällt auf, dass eine Abhängigkeit von der Anzahl der Waschgänge besteht. Mit sinkender Anzahl der Waschgänge (z. B: von a-1 zu a-3) steigt der Sandgehalt.

Die statistische Varianzanalyse (Tabelle 28) weist die Einflussgröße der Anzahl der Waschgänge mit 23,9 % als signifikant aus. Der Fehler, also zufällige Streuungen, stellt mit 76,1 % den größten Faktor dar.

Hier liegt die Vermutung nahe, dass bei Reduzierung der Waschgänge weniger Füller gelöst und dem Sandbereich zugerechnet wird. Diese Tendenz kann beim Füllergehalt allerdings nicht so eindeutig erkannt werden.

In Bild 28 sind die Splittgehalte (> 2,0 mm) der untersuchten Varianten a-1 bis a-9 dargestellt. Auch hier ist die Spannweite eingezeichnet, welche sich durch die Präzision des Verfahrens ergibt. Der Soll-



Einflussgrößen: 2 A – Temperatur: 3 Gruppen B – Waschgänge: 3 Gruppen Ergebnis: Splitt, 3-fach belegt										
Berechnung erfolgt nach Modell I mit festen Effekten										
Ursache	SQ	FG	MQ	Fdach	F1	F2	F	H0-Hypothese	Var. Komp.	Var.-%
A	3,64519E2	2	1,82259E2	8,868E-1	2	18	3,55	ja	-2,584362	-
B	6,33852E2	2	3,16926E2	1,542	2	18	3,55	ja	1,237860E1	-
AB	7,30370E2	4	1,82593E2	8,884E-1	4	18	1,00	ja	-7,641975	-
Fehler	3,69933E3	18	2,05519E2	-	-	-	-	-	2,055185E2	100,0
Total	5,42807E3	26	-	-	-	-	-	-	2,055185E2	100,0

Tab. 29: Ergebnis der zweifachen Varianzanalyse auf die Gesamtvariabilität des Sandgehaltes bzgl. der Einflussgrößen Vorwärmen des Mischguts und Anzahl der Waschgänge

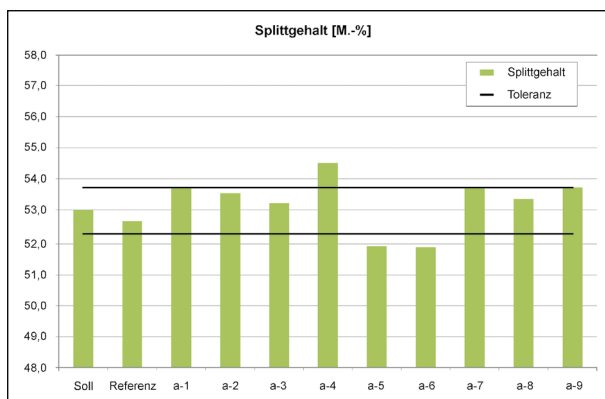


Bild 28: Ergebnisse der Extraktion: Splittgehalt der Varianten a-1 bis a-9 unter Variation der Vorwärmung des Mischguts und der Reduzierung der Waschgänge

Wert liegt bei 53,0 M.-% bei einer Präzision unter Wiederholbedingungen von  $\pm 0,7$  M.-%. Varianten, die innerhalb dieser Spannweite liegen, können als gleich angesehen werden, außerhalb liegende Varianten weisen einen signifikant niedrigeren Splittgehalt auf.

Wie auch für den Sandgehalt, können im Splittbereich einige Varianten als geeignet angesehen werden, siehe Bild 28. Hier fällt auf, dass die Varianten bei einer Vorwärmtemperatur von 60 °C (a-4, a-5 und a-6) signifikante Abweichungen aufweisen. Diese Abweichungen können nicht plausibel erklärt werden.

Die statistische Varianzanalyse (Tabelle 29) weist keine der Einflussgrößen als signifikant aus. Der Fehler, also zufällige Streuungen, liegt bei 100 %. Es sind somit nur zufällige Streuungen vorhanden.

In Tabelle 30 sind die Ergebnisse der ermittelten Zusammensetzungen zusammengefasst und für eine weitere Optimierung geeignete Varianten angegeben.

Eine Abhängigkeit von der Temperatur beim Vorwärmen ist nicht zu erkennen. Generell sind 4 oder ggf. 3 Waschgänge ausreichend.

Der Zeitbedarf ist in Bild 29 dargestellt. Neben der erwarteten Dauer ist der Mittelwert der tatsächlichen Dauer eingetragen.

Bild 29 zeigt, dass grundsätzlich die erwartete Dauer grob den tatsächlich benötigten Extraktionsdauern entspricht, im Regelfall ist die benötigte Dauer länger als erwartet.

Eine Zeitersparnis ergibt sich nur aufgrund der Reduzierung der Waschgänge, ein Einfluss der Temperatur kann nicht nachgewiesen werden.

Mit den geeigneten Varianten ergeben sich bei 4 Waschgängen (Varianten a-1 und a-7) Einsparungen von ca. 12 Minuten bei der Extraktion, wobei 19 Minuten erwartet waren.

Bei 3 Waschgängen (Varianten a-2 und a-8) ergeben sich Einsparungen von ca. 32 Minuten bei der Extraktion, wobei 38 Minuten erwartet waren.

### Hinweis zum Vorwärmen des Mischguts

Ein Vorwärmen der Proben ist nur dann von Vorteil, wenn das Mischgut für die Extraktion bereits warm angeliefert wird. Eine Erwärmung vor Extraktionsbeginn liefert keinen Zeitgewinn, das das Mischgut nur langsam die gewünschte Temperatur annimmt. So werden bei der Temperierung von 20 °C auf 80 °C, in einem auf 80 °C geheizten Ofen, über 80 Minuten benötigt. Für die Messungen wird das Mischgut relativ dünn auf einem Blechdeckel ausgebreitet und Temperaturfühler eingesteckt, siehe Bild 30.



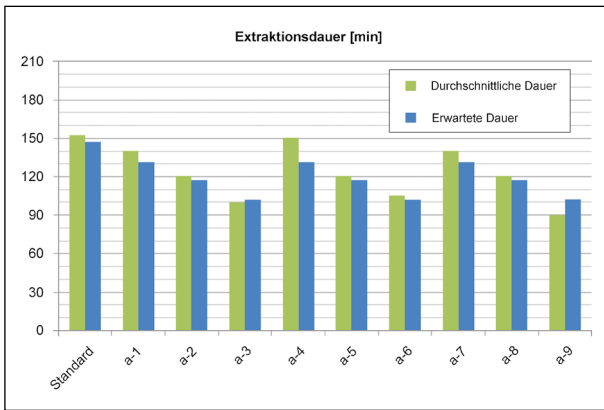


Bild 29: Ergebnisse der Extraktion: Erwartete und tatsächliche Extraktionsdauer der Varianten a-1 bis a-9 unter Variation der Vorwärmung des Mischguts und der Reduzierung der Waschgänge

### B Trocknung der Gesteinskörnung außerhalb der Extraktionsanlage

Für eine externe Trocknung muss die Probe nach der Standard-Extraktion zeitnah aus dem Asphaltanalysator genommen werden. Dazu wird die Trocknungsphase auf das Minimum von 10 Minuten verkürzt.

Für diese Variante werden die Waschtrommel, und die Zentrifugenhülse feucht entnommen in einen auf 160 °C beheizten Wärmeschrank gelegt. Nach 60 Minuten der Trocknung und der anschließenden Abkühlung werden die Korngrößenverteilungen bestimmt.

Variante	Temperatur Mischgut	Anzahl Waschgänge	Veränderung der Anteile				weitere Optimierung?
			Bindemittelgehalt	Füller	Sand	Splitt	
[-]	°C	[-]	[-]	[-]	[-]	[-]	[-]
a-1	40	4	=	=	↘	↗	ja
a-2		3	↘	↘	=	=	ja
a-3		2	↘	↘	↗	=	nein
a-4	60	4	↘	↘	↘	↑	nein
a-5		3	=	↘	↑	↓	nein
a-6		2	↓	↓	↑	↓	nein
a-7	80	4	↘	↘	=	↗	ja
a-8		3	↘	↘	=	=	ja
a-9		2	↓	↓	↗	↗	nein

Tab. 30: Zusammenfassung der Ergebnisse der Varianten für das Vorwärmen des Mischguts



Bild 30: Mischgut mit Temperaturfühler (links) und Messung der Mischguttemperatur beim Vorwärmen im Ofen (rechts)

Variante	Temperatur Trocknung oben/unten	Dauer Trocknung	Bindemittelgehalt		Füller	Sand	Splitt
			Differenz	Rück- gewinnung			
[-]	[°C]	[-]	[M.-%]	[M.-%]	[M.-%]	[M.-%]	[M.-%]
Soll	-	-	6,0	6,0	8,0	39,0	53,0
Standard	130/160	5	5,94	5,91	8,2	39,1	52,7
b – 1	160	60	6,11	5,95	7,7	40,0	52,3

Tab. 31: Varianten zur Optimierung des Extraktionsprozesses, externe Trocknungsphase

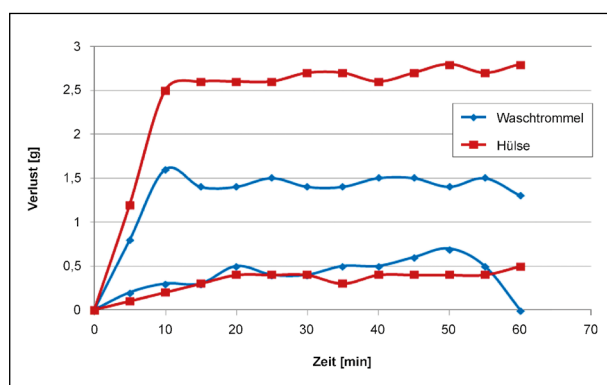


Bild 31: Verlust von OME in der der Waschtrommel und Hülse bei externe Ofentrocknung über die Zeit

Eine Übersicht der durchgeführten Variante mit den Ergebnissen zum Bindemittelgehalt und zur Korngrößenverteilung enthält Tabelle 31.

Aufgrund des einzigen Datensatzes wird auf eine grafische Darstellung der einzelnen Merkmale verzichtet. Die ermittelten Ergebnisse lassen auf eine passende Zusammensetzung schließen.

Durch die stark verkürzte Trocknungsphase kann zwar das Gestein entnommen und schneller getrocknet und analysiert werden, doch das Bindemittel kann innerhalb der Extraktionsanlage nicht ausreichend destilliert werden. Die Trocknungsphase wird im Wesentlichen dazu genutzt, Lösemittel aus dem Bitumen-Lösemittelgemisch zu destillieren. Am Ende der Trocknungsphase ist im Regelfall ein Großteil des Lösemittels bereits dem Bitumen-Lösemittelgemisch entzogen. Wird die Trocknungsphase verkürzt, liegt ein Gemisch mit deutlich höheren OME-Anteilen vor, welches ggf. mehrere Entnahme-Kolben benötigt und für die Rückgewinnung entsprechend länger destilliert werden muss.

Aus diesem Grund ist dieser Ansatz nur in Sonderfällen zielführend.

Soll trotzdem auf diese Weise gearbeitet werden, ist an zwei Proben die Trocknungsdauer im externen Ofen zu ermitteln. Während der Trocknungszeit

wird in Abständen von 5 Minuten das Gewicht überprüft. So kann überprüft werden, ob und in welchem Maße eine Verdunstung des OME stattfindet. Die Ergebnisse sind in Bild 31 dargestellt.

Gemäß Bild 31 ist eine Verdunstung von OME messbar und nach ca. 20 Minuten größtenteils abgeschlossen. Die Trocknungsdauer kann so auf mindestens 30 Minuten reduziert werden.

### C Verbesserung der Trocknungsbedingungen

Die Ergebnisse der Trocknungsbedingungen werden zusammen mit der Erhöhung der Waschtemperatur im nachfolgenden Kapitel präsentiert.

### D Erhöhung der Waschtemperatur

Im Folgenden wird im ersten Teil (c) die Temperatur während des Trocknungsvorgangs angehoben und die Dauer der Trocknung abgesenkt. Im zweiten Teil (d) wird die Temperatur während eines Waschganges angehoben, während die Dauer desselben reduziert wird. Eine Übersicht der durchgeführten Varianten mit den Ergebnissen zum Bindemittelgehalt und zur Korngrößenverteilung enthält Tabelle 32. Die Standardbedingungen sind jeweils grau hinterlegt.

Die Ergebnisse der Tabelle 32 zeigen zunächst nur geringe Abweichungen des Bindemittelgehaltes und der Korngrößenverteilung von den Soll-Werten bzw. von der Standardextraktion.

In Bild 32 ist neben dem löslichen Bindemittelgehalt wiederum die Spannweite eingezeichnet, welche sich durch die Präzision des Verfahrens ergibt. Varianten, die innerhalb dieser Spannweite liegen, können als gleich angesehen werden, außerhalb liegende Varianten weisen einen signifikant niedrigeren Bindemittelgehalt auf.

Zunächst ist auffällig, dass Variante c-2 einen abweichenden Bindemittelgehalt bzgl. des Differenz-

Variante	Temperatur Trocknung oben/unten	Dauer Trocknung	Bindemittelgehalt		Füller	Sand	Splitt
			Differenz	Rück- gewinnung			
[-]	[°C]	[min, hPa]	[M.-%]	[M.-%]	[M.-%]	[M.-%]	[M.-%]
Soll	-	-	6,0	6,0	8,0	39,0	53,0
Standard	130/160	60	5,94	5,91	8,2	39,1	52,7
c – 1	140/170	50	6,04	5,88	7,5	39,5	52,9
c – 2		40	5,72	5,76	7,5	38,1	54,5
c – 3	150/180	50	6,09	5,86	7,6	39,8	52,5
c – 4		40	6,08	5,79	7,4	39,0	53,6
Variante	Temperatur Wasch- kammer	Dauer Waschgang	Bindemittelgehalt		Füller	Sand	Splitt
[-]	[°C]	[min]	Differenz	Rück- gewinnung			
[-]	[°C]	[min]	[M.-%]	[M.-%]	[M.-%]	[M.-%]	[M.-%]
Standard	80	10	5,94	5,91	8,2	39,1	52,7
d – 1	90	8	6,05	5,90	7,7	39,5	52,8
d – 2	100	6	6,08	5,86	7,6	39,3	53,1

Tab. 32: Varianten zur Optimierung des Extraktionsprozesses, Erhöhung von Trocknungstemperatur und Waschttemperatur

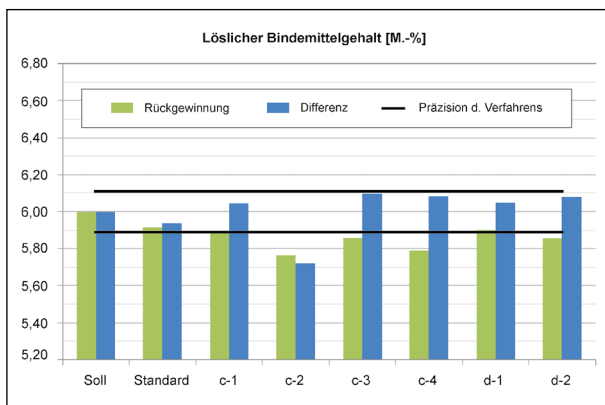


Bild 32: Ergebnisse der Extraktion – Resultierender löslicher Bindemittelgehalt unter Variation der Trocknungstemperatur und der Waschttemperatur

verfahrens aufweist. Hier ist die Dokumentation leider lückenhaft, sodass keine Auswertung möglich ist.

Die Varianten mit unterschiedlichen Trocknungsbedingungen c-1 bis c-4 weisen bei einer Trocknungsdauer von 40 Minuten (c-2 und c-4) deutlich geringere Bindemittelgehalte nach dem Rückgewinnungsverfahren auf. Die Varianten c-1 und c-3 mit einer Trocknungsdauer von 50 Minuten liegen näher am Bereich der Standard-Extraktion (Referenz). Eine Varianzanalyse zur quantitativen Auswertung der Einflussgrößen ist aufgrund des geringen Datenumfangs nicht möglich.

Eine veränderte Trocknungsphase dürfte eigentlich keinen Einfluss auf den Bindemittelgehalt nach Rückgewinnung haben. Aufgrund der verkürzten Trockenzeit fehlt evtl. Zeit für die interne Destillation, sodass eine größere Menge Bitumen/Lösemittelgemisch entnommen wird. Der Bindemittelgehalt sollte davon jedoch nicht betroffen sein. Eine mögliche Erklärung wäre, dass während der Trocknung bzw. Destillation noch Bitumen/Lösemittelgemisch nachläuft, d. h. aus der Waschkammer oder dem anschließenden Schlauch und erst spät (> 40 Minuten) über die Zentrifuge ausgeschieden wird.

Die Bindemittelgehalte mittels Differenzverfahren (Varianten c-1, c-3 und c-4) könnten dagegen variieren, da die Gesteine ggf. noch nicht trocken sind und unterschiedliche Mengen OME anhaften könnten. Dies würde in einem geringeren Bindemittelgehalt resultieren. Aber dieses Phänomen kann nicht beobachtet werden, die Bindemittelgehalte weisen das gleiche Niveau auf. Die Trocknungsdauer von 40 oder 50 Minuten ist somit gleichwertig.

Die Varianten mit veränderten Waschzeiten und erhöhter Temperatur (d-1 und d-2) weisen für die Variante d-1 ein mit der Referenzprobe vergleichbares Ergebnis auf. Eine weitere Erhöhung der Waschttemperatur bei verkürzter Dauer (c-2) liefert einen geringeren Bindemittelgehalt. Die erhöhte Temperatur gleicht die verkürzte Waschtzeit nicht aus.

Die Korngrößenverteilungen der Varianten c-1 bis c-4 sowie d-1 und d-2 sind in Bild 33 dargestellt. Es sind keine größeren Abweichungen von der Soll-Sieblinie zu erkennen.

Die Anteile Füller, Sand und Splitt werden im Folgenden wiederum einzeln betrachtet. Bild 34 zeigt den Füllergehalt der untersuchten Varianten. Zusätzlich ist wiederum die Spannweite eingezeichnet, welche sich durch die Präzision des Verfahrens ergibt. Varianten, die innerhalb dieser Spannweite liegen, können als gleich angesehen werden, außerhalb liegende Varianten weisen einen signifikant niedrigeren Füllergehalt auf. Auch hier sind Varianzanalysen zur quantitativen Auswertung der Einflussgrößen aufgrund des geringen Datenumfangs nicht möglich.

Bild 34 ist zu entnehmen, dass keine der Varianten c-1 bis c-4 den ursprünglichen Füllergehalt aufweist. Dies kann auf eine zu kurze Trocknungsdauer

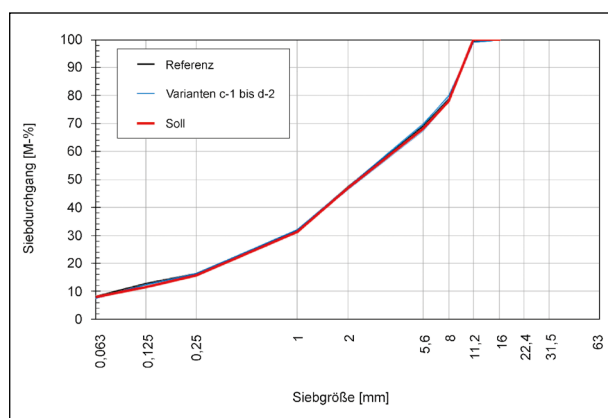


Bild 33: Ergebnisse der Extraktion – Korngrößenverteilungen der Varianten c-1 bis c-4 sowie d1 und d-2 unter Variation der Trocknungstemperatur und der Waschtemperatur

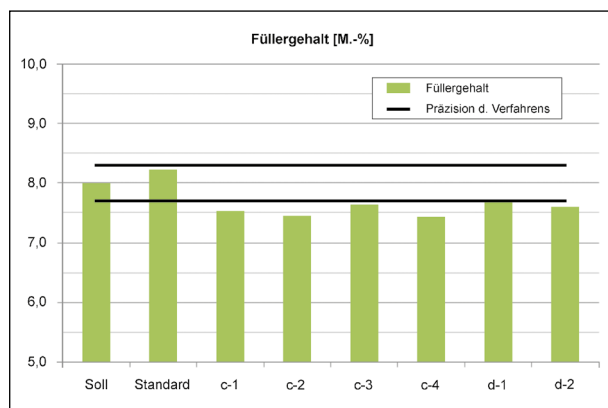


Bild 34: Ergebnisse der Extraktion – Füllergehalt der Varianten c-1 bis c-4 sowie d1 und d-2 unter Variation der Trocknungstemperatur und der Waschtemperatur

er hinweisen. Füllerreste können mit dem Lösemitel verklebt sein und würden sich im Sand- oder Splittgehalt wiederfinden. Dies ist möglich, da OME nicht bzw. nur langsam an der Umgebungsluft verdunstet.

Die Erhöhung der Waschtemperatur und die Reduzierung der Waschdauer auf 8 min bewirkt, dass der Füllergehalt am unteren Wert der Spannweite liegt. Eine weitere Reduzierung der Waschdauer weist trotz höherer Waschtemperatur (d-2) niedrigere Werte auf. Dies lässt die Schlussfolgerung zu, dass die Waschdauer einen größeren Einfluss als die Waschtemperatur ausübt.

In Bild 35 ist der ermittelte Sandgehalt dargestellt. Hier ist zu erkennen, dass die Trocknungsdauer einen Einfluss auf den Sandgehalt ausübt. Die Werte bei kürzerer Dauer (c-2 und c-4) liegen stets unterhalb der Werte mit etwas längerer Dauer (c-1 und c-3). Es ist zu vermuten, dass noch verklebte Füllerreste diese Werte beeinflussen.

Die Veränderung der Waschtemperatur und Waschdauer (d-1 und d-2) hat soweit keinen signifikanten Einfluss auf den Sandgehalt.

Die Ergebnisse zum Splittgehalt in Bild 36 zeigen für die Varianten c-2 und c-4 erhöhte Werte. Diese Abweichungen korrespondieren mit dem Füller- bzw. Sandgehalt und bestätigen die vermutlich zu kurze Trocknungsphase. Die Varianten c-1 und c-3 weisen keine relevanten Abweichungen auf.

Auch die Varianten d-1 und d-2 mit veränderten Waschtemperaturen und Waschdauern weisen keine relevanten Abweichungen auf.

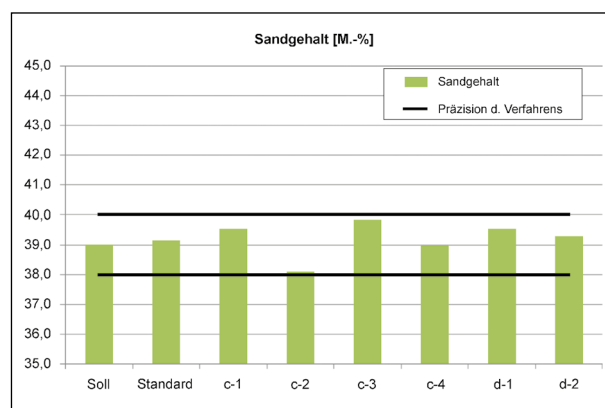


Bild 35: Ergebnisse der Extraktion – Sandgehalt der Varianten c-1 bis c-4 sowie d1 und d-2 unter Variation der Trocknungstemperatur und der Waschtemperatur

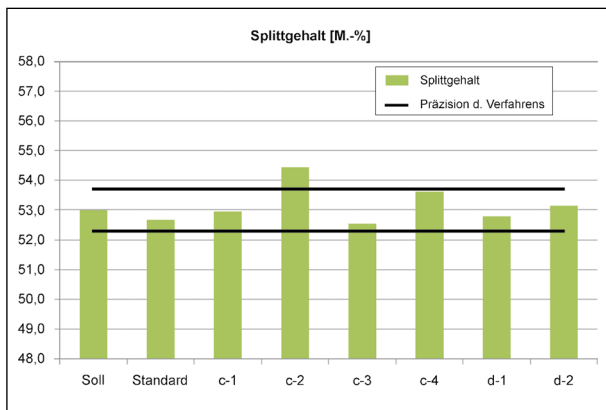


Bild 36: Ergebnisse der Extraktion – Splittgehalt der Varianten c-1 bis c-4 sowie d1 und d-2 unter Variation der Trocknungstemperatur und der Waschtemperatur

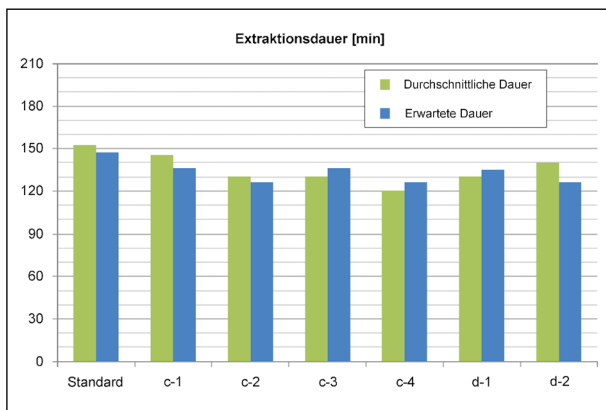


Bild 37: Ergebnisse der Extraktion – Erwartete und tatsächliche Extraktionsdauer der Varianten c-1 bis c-4 sowie d1 und d-2 unter Variation der Trocknungstemperatur und der Waschtemperatur

In Tabelle 33 sind die Ergebnisse der ermittelten Zusammensetzungen zusammengefasst und für eine weitere Optimierung geeignete Varianten angegeben.

Eine zu geringe Trocknungsdauer weisen die Varianten c-2 und c-4 auf. Neben den Lösemittelresten im Gestein (Verklebung) wird das Bindemittel nicht komplett zurückgewonnen, sodass diese Varianten als nicht geeignet angesehen werden.

Abschließend erfolgt wieder die Darstellung des Zeitbedarfs, siehe Bild 37. Neben der erwarteten Dauer ist der Mittelwert der tatsächlichen Dauer eingetragen.

Im Wesentlichen entsprechen die erwarteten Dauern den tatsächlich benötigten Extraktionsdauern. Variante d-2 mit einer Waschdauer von 6 Minuten je Waschgang weist die höchste Abweichung auf. Die Wartezeiten zwischen den Programmschritten (Warten auf Ablauf der Waschkammer und Zentrifuge) sind erhöht, sodass sich der erwartete Zeitgewinn nicht einstellt.

Mit den geeigneten Varianten c-1 und c-3 ergeben sich bei einer Trocknungsdauer von 50 Minuten Einsparungen von 7 bzw. 22 Minuten, wobei 10 Minuten erwartet waren.

Bei Erhöhung der Waschtemperatur und Verkürzung der Waschzeit (Varianten d-1 und d-2) ergeben sich Einsparungen von 22 bzw. 12 Minuten, wobei 20 bzw. 30 Minuten erwartet waren.

Variante	Temperatur Mischgut	Anzahl Waschgänge	Veränderung der Anteile				weitere Optimierung?
			Bindemittelgehalt	Füller	Sand	Splitt	
[-]	[°C]	[min]	[-]	[-]	[-]	[-]	[-]
c – 1	140/170	50	=	↔	=	=	ja
c – 2		40	↓	↔	↔	↑	nein
c – 3	150/180	50	↔	↔	=	=	ja
c – 4		40	↓	↔	↔	↔	nein
Variante	Temperatur Waschkammer	Dauer Waschgang	Bindemittelgehalt	Füller	Sand	Splitt	geeignet?
[-]	[°C]	[min]	[-]	[-]	[-]	[-]	[-]
d – 1	90	8	=	↔	=	=	ja
d – 2	100	6	=	↔	=	=	ja

Tab. 33: Zusammenfassung der Ergebnisse der Varianten für veränderte Trocknungstemperaturen und Waschtemperaturen



## E Anlösen der Bindemittelphase

Das Anlösen des Mischguts erfolgt in Weithalspyknometern. Dabei werden auf ca. 1.100 g Mischgut genau 300 g OME zugegeben und entsprechend auf 20 °C oder 80 °C temperiert. Anschließend werden diese für die vorgesehene Zeit auf ein Flaschenrollgerät gelegt, siehe Bild 38. Der Winkel am Rollgerät wird auf 30 ° eingestellt, sodass die Flaschen nicht herunterfallen und eine vollständige Benetzung des Mischguts erfolgt. Zum Einfüllen in den Asphaltanalysator wird eine Einfüllwanne vor die Waschkammer gehängt und die Waschtrommel senkrecht eingestellt. Dann kann vorsichtig der Inhalt des Pyknometers in die Trommel gegeben werden. Dieser Vorgang erfolgt spritzarm, sodass im Wesentlichen nur eine Geruchsbelästigung erfolgt. Beim Einfüllen muss darauf geachtet werden, dass das Ventil an der Waschkammer geöffnet wird, da-

mit das auslaufende Bitumen/Lösemittelgemisch in die Zentrifuge laufen kann. Die geöffnete Waschkammer kann die angelöste Menge Bitumen/Lösemittelgemisch nicht aufnehmen. Die Zentrifuge muss natürlich eingeschaltet werden und scheidet dann den Füller ab.

Als Ausgleich zu dieser Vorbehandlung wird die Dauer der fünf Waschgänge von 10 Minuten auf bis zu 4 Minuten verringert. Damit ergibt sich eine Zeitersparnis von 8 Minuten bis zu 24 Minuten.

Die Übersicht zu den durchgeführten Varianten mit den Ergebnissen zum Bindemittelgehalt und zur Korngrößenverteilung (alle Ergebnisse 3-fach belegt) kann der Tabelle 34 entnommen werden. Die detaillierten Ergebnisse sind im Anhang 3 dokumentiert.



Bild 38: Weithalspyknometer mit Probe und OME (links), Flaschenrollgerät mit Pyknometer (Mitte), Einfüllen in Extraktionsanlage (rechts)

Variante	Dauer des Anlösens/ Temperatur	Dauer je Waschgang	Bindemittelgehalt		Füller	Sand	Splitt
			Differenz	Rückgewinnung			
[-]	[min/°C]	[min]	[M.-%]	[M.-%]	[M.-%]	[M.-%]	[M.-%]
Soll	-	-	6,0	6,0	8,0	39,0	53,0
Standard	-	10	5,94	5,91	8,2	39,1	52,7
e – 1	2/20	8	5,98	5,72	7,8	38,7	53,5
e – 2	2/80	6	6,15	5,75	7,5	39,8	52,7

Tab. 34: Varianten zur Optimierung des Extraktionsprozesses, Anlösen des Mischguts

Variante	Dauer des Anlössens/ Temperatur	Dauer je Waschgang	Bindemittelgehalt		Füller	Sand	Splitt
			Differenz	Rückgewinnung			
[-]	[min/°C]	[min]	[M.-%]	[M.-%]	[M.-%]	[M.-%]	[M.-%]
e-3	4/20	7	5,98	5,84	7,7	38,4	53,9
e-4	4/80	5	6,15	5,94	7,9	40,0	52,1
e-5	6/20	6	6,19	5,89	8,0	39,3	52,7
e-6	6/80	4	5,95	5,78	8,0	38,4	53,8

Tab. 34: Varianten zur Optimierung des Extraktionsprozesses, Anlösen des Mischguts

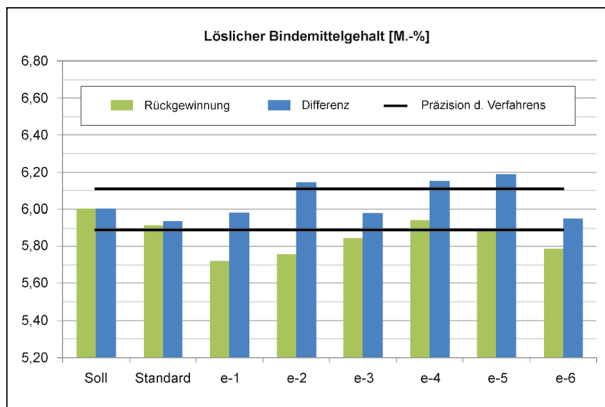


Bild 39: Ergebnisse der Extraktion – Resultierender löslicher Bindemittelgehalt unter Variation der Anlösedauer und -temperatur sowie der Dauer der Waschgänge

Die Ergebnisse der Tabelle 34 zeigen nur geringe Abweichungen des Bindemittelgehaltes und der Korngrößenverteilung von den Soll-Werten bzw. von der Standardextraktion.

Die erzielten löslichen Bindemittelgehalte sind in Bild 39 dargestellt. Als Vergleichswert gelten zunächst die erzielten Ergebnisse mittels Standard-Extraktion. Neben dem löslichen Bindemittelgehalt ist wieder die Spannweite eingezeichnet, welche sich durch die Präzision des Verfahrens ergibt. Varianten, die innerhalb dieser Spannweite liegen, können als gleich angesehen werden, außerhalb liegende Varianten weisen einen signifikant niedrigeren Bindemittelgehalt auf.

Bild 39 zeigt sehr deutlich, dass eine Anlösedauer von 2 Minuten (e-1 und e-2) einen deutlich zu niedrigen Bindemittelgehalt ergibt und damit die verkürzte Waschdauer nicht ausgleichen kann. Die Erhöhung der Temperatur für den Anlösevorgang hat einen kleinen Einfluss auf den Bindemittelgehalt, da trotz verkürzter Waschdauer ein leicht erhöhter Bindemittelgehalt erzielt wird.

Bei einer Anlösedauer von 4 Minuten (e-3 und e-4) steigen die Bindemittelgehalte auf ein höheres Ni-

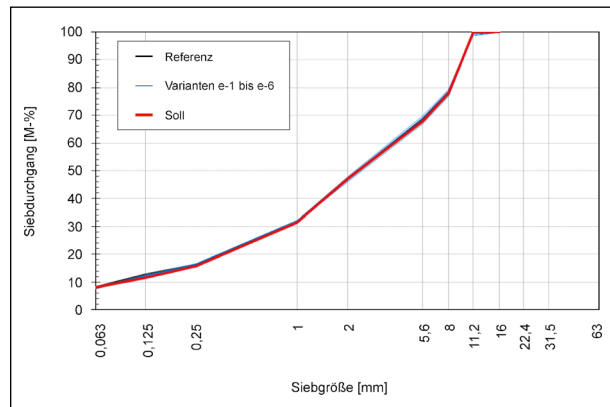


Bild 40: Ergebnisse der Extraktion – Korngrößenverteilungen der Varianten e-1 bis e-6 unter Variation der der Anlösedauer und -temperatur sowie der Dauer der Waschgänge

veau, trotz Verkürzung der Waschdauer. Bei einer Temperatur von 20 °C während des Anlösevorgang liegt der Bindemittelgehalt noch signifikant unterhalb des angestrebten Wertes, bei 80 °C wird der Soll-Wert fast erreicht.

Eine weitere Erhöhung der Anlösedauer bei Reduzierung der Waschdauer (e-5 und e-6) liefert niedrigere Bindemittelgehalte. Hier kann auch die erhöhte Temperatur die stark verkürzte Waschdauer nicht mehr ausgleichen.

Die Korngrößenverteilungen der Varianten e-1 bis e-6 sind in Bild 40 dargestellt. Es sind keine wesentlichen Abweichungen von der Soll-Sieblinie zu erkennen.

Die Anteile Füller, Sand und Splitt werden im Folgenden wiederum einzeln betrachtet. Bild 41 zeigt den Füllergehalt der untersuchten Varianten e-1 bis e-6. Zusätzlich ist die Spannweite eingezeichnet, welche sich durch die Präzision des Verfahrens ergibt. Varianten, die innerhalb dieser Spannweite liegen, können als gleich angesehen werden, außerhalb liegende Varianten weisen einen signifikant niedrigeren Füllergehalt auf.

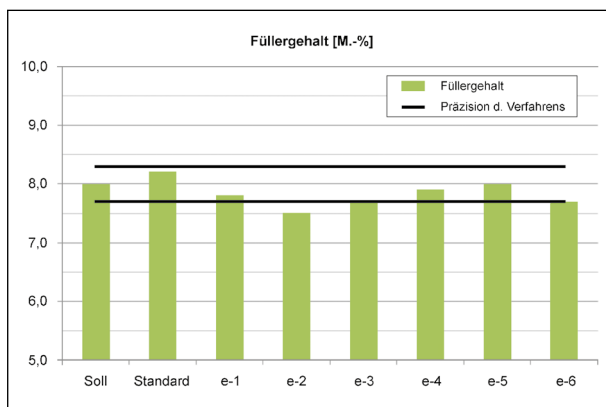


Bild 41: Ergebnisse der Extraktion – Füllergehalt der Varianten e-1 bis e-6 unter Variation der der Anlösedauer und -temperatur sowie der Dauer der Waschgänge

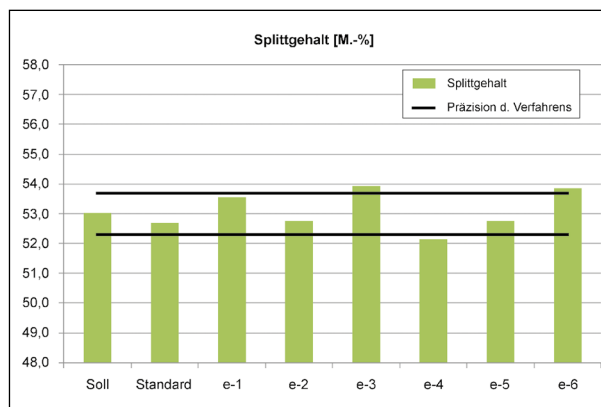


Bild 43: Ergebnisse der Extraktion – Splittgehalt der Varianten e-1 bis e-6 unter Variation der der Anlösedauer und -temperatur sowie der Dauer der Waschgänge

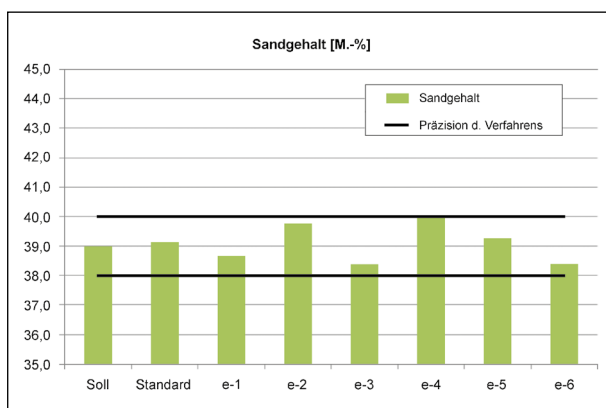


Bild 42: Ergebnisse der Extraktion – Sandgehalt der Varianten e-1 bis e-6 unter Variation der der Anlösedauer und -temperatur sowie der Dauer der Waschgänge

Der Füllergehalt weicht nur für die Variante e-2 signifikant ab. Es ist zu vermuten, dass Anteile des Füllers mit dem nicht gelösten Bindemittel den größeren Kornklassen zugerechnet werden. Die besten Annäherungen an den Soll-Wert erzielen die Varianten e-4 und e-5.

Bild 42 stellt den Sandgehalt der untersuchten Varianten e-1 bis e-6 dar. Erfreulicherweise liegen alle ermittelten Sandgehalte innerhalb der Spannweite und können aus prüftechnischer Sicht als gleich angesehen werden. Tendenziell kann festgehalten werden, dass eine Erhöhung der Temperatur des Anlösevorgangs (e-1 zu e-2 und 3- zu e-4) eine deutliche Erhöhung des Sandgehaltes ergibt. Ursächlich ist wahrscheinlich die reduzierte Waschkdauer, welche zu Verklebungen im Sand führt. Für die Varianten e-5 und e-6 kann diese Tendenz nicht gefunden werden.

Bild 43 zeigt schließlich die erzielten Splittgehalte der Varianten e-1 bis e-6. Die Varianten e-1 und e-2 liegen innerhalb der Spannweite, jedoch weist e-1

einen höheren Splittgehalt auf, was mit dem Bindemittel- und Sandgehalt korreliert.

Die Varianten e-3 und e-4 liegen oberhalb bzw. unterhalb der Spannweite. Beide Varianten korrelieren mit ihrem Bindemittel- bzw. Sandgehalt.

Während die Variante e-5 in der Zusammensetzung kaum Abweichungen aufweist, liegt der Splittgehalt der Variante e-6 etwas höher. Dies korreliert mit den weiteren Ergebnissen in der Zusammensetzung und summiert sich im Splittgehalt.

Die Ergebnisse der ermittelten Zusammensetzungen sind in Tabelle 35 zusammengefasst und für eine weitere Optimierung geeignete Varianten angegeben.

Eine Anlösedauer von 2 Minuten wird nicht als zielführend angesehen. In dieser Zeit wird das Mischgut nicht ausreichend angelöst, um eine verkürzte Waschkdauer auszugleichen.

Mit einer Anlösedauer von 4 Minuten – bei Reduzierung der Waschkdauer – werden vorteilhafte Ergebnisse erzielt, insbesondere bei einer Erwärmung auf 80 °C. Damit werden annähernd die Soll-Werte erreicht.

Die Anlösedauer von 6 Minuten ist ebenfalls von Vorteil, kann jedoch eine auf 4 Minuten verkürzte Waschkdauer nicht mehr ausgleichen.

Der Zeitbedarf ist in Bild 29 dargestellt. Neben der erwarteten Dauer ist der Mittelwert der tatsächlichen Dauer eingetragen.

Bild 44 zeigt, dass die erwartete Dauer in vier Fällen der tatsächlich benötigten Extraktionsdauer entspricht, in zwei Fällen (e-4 und e-5) ist die benötigte



Variante	Dauer des Anlößens/ Temperatur	Dauer je Waschgang	Veränderung der Anteile				weitere Optimierung?
			Bindemittel- gehalt	Füller	Sand	Splitt	
[-]	[min/°C]	[min]	[-]	[-]	[-]	[-]	[-]
e-1	2/20	8	↓	=	=	=	nein
e-2	2/80	6	↓	↘	↗	=	nein
e-3	4/20	7	↘	↘	↘	↗	nein
e-4	4/80	5	=	=	↗	↘	ja
e-5	6/20	6	↘	=	=	=	ja
e-6	6/80	4	↓		↘	↗	nein

Tab. 35: Zusammenfassung der Ergebnisse der Varianten für das Anlösen des Mischguts und Reduzierung der Dauer der Waschgänge

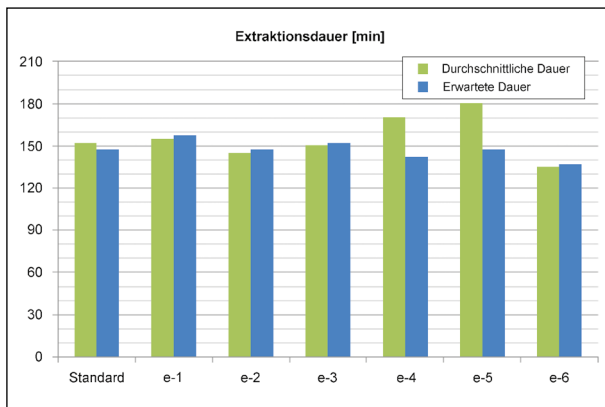


Bild 44: Ergebnisse der Extraktion – Erwartete und tatsächliche Extraktionsdauer der Varianten e-1 bis e-6 für das Anlösen des Mischguts und Reduzierung der Dauer der Waschgänge

Dauer länger als erwartet. In diesen zwei Fällen wird länger auf das Ablaufen aus der Waschkammer bzw. Zentrifuge gewartet.

Die beiden Varianten, welche anhand der resultierenden Zusammensetzung als geeignet angesehen werden (e-4 und e-5), weisen leider auch die höchste Dauer auf.

## F Kombinierte Bedingungen

Anhand der erzielten Ergebnisse werden folgende Kombinationen aus den zuvor überprüften Extraktionsbedingungen weiter verfolgt:

f-1: Anlösen 4 Minuten bei 80 °C, Waschttemperatur 100 °C, 4 Waschgänge à 10 Minuten, Trocknungszeit 50 Minuten

f-2: Anlösen 4 Minuten bei 80 °C, Waschttemperatur 100 °C, 3 Waschgänge à 10 Minuten, Trocknungszeit 50 Minuten

f-3: Anlösen 4 Minuten bei 80 °C, Waschttemperatur 100 °C, 5 Waschgänge à 8 Minuten, Trocknungszeit 50 Minuten

f-4: Anlösen 4 Minuten bei 80 °C, Waschttemperatur 100 °C, 5 Waschgänge à 6 Minuten, Trocknungszeit 50 Minuten

f-5: Anlösen 4 Minuten bei 80 °C, Waschttemperatur 100 °C, 5 Waschgänge à 5 Minuten, Trocknungszeit 50 Minuten

f-6: Waschttemperatur 100 °C, 5 Waschgänge à 5 Minuten, Trocknungszeit 50 Minuten

f-7: Waschttemperatur 100 °C, 4 Waschgänge à 6 Minuten, Trocknungszeit 50 Minuten

f-8: Waschttemperatur 100 °C, 4 Waschgänge à 6 Minuten, Trocknungszeit 40 Minuten

f-9: Vorwärmen auf 80 °C, Waschttemperatur 100 °C, 4 Waschgänge à 6 Minuten, Trocknungszeit 40 Minuten

Mit diesen Varianten könnten von 21 bis 48 Minuten Zeit gespart werden. Die kürzeste Extraktionsdauer würde dann 95 Minuten betragen.

Die Ergebnisse der kombinierten Extraktionen sind in Tabelle 36 zusammengefasst.

Auch die Ergebnisse der Tabelle 36 weisen nur geringe Abweichungen des Bindemittelgehaltes bzw. bezüglich der Zusammensetzung von den Soll-Werten auf.

Die erzielten löslichen Bindemittelgehalte sind in Bild 39 dargestellt. Als Vergleichswert gelten zunächst die erzielten Ergebnisse mittels Standard-Extraktion. Neben dem löslichen Bindemittel-

Variante	Bindemittelgehalt		Füller	Sand	Splitt
	Differenz [M.-%]	Rückgewinnung [M.-%]			
[-]	[M.-%]	[M.-%]	[M.-%]	[M.-%]	[M.-%]
Soll	6,0	6,0	8,0	39,0	53,0
Standard	5,94	5,91	8,2	39,1	52,7
f – 1	6,10	5,83	7,6	39,4	53,0
f – 2	6,10	5,87	7,3	39,4	53,2
f – 3	6,06	5,85	7,7	39,0	53,3
f – 4	6,07	5,90	7,8	39,5	52,8
f – 5	6,22	5,88	7,9	39,5	52,6
f – 6	6,12	5,88	7,6	39,3	53,0
f – 7	6,18	5,92	7,5	40,4	52,1
f – 8	6,00	5,73	7,4	38,4	54,2
f – 9	6,01	5,86	7,4	39,0	53,6

Tab. 36: Ergebnisse der kombinierten Varianten zur Optimierung des Extraktionsprozesses

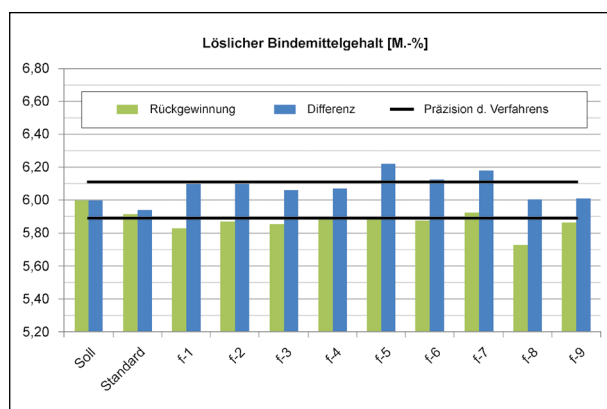


Bild 45: Ergebnisse der Extraktion – Resultierender löslicher Bindemittelgehalt unter Variation des AnlöSENS, der Anzahl und Dauer der Waschgänge sowie der Trocknungszeit

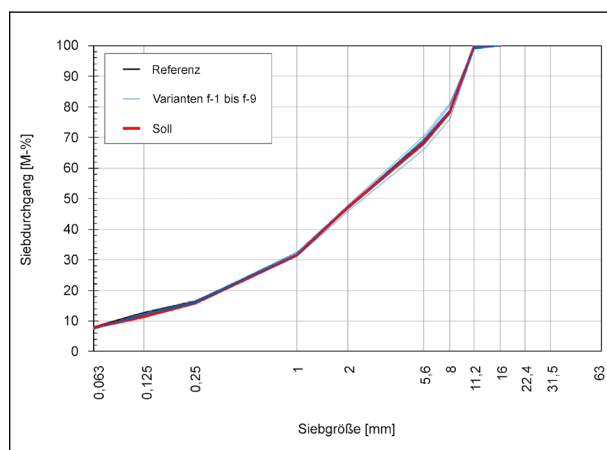


Bild 46: Ergebnisse der Extraktion – Korngrößenverteilungen der Varianten f-1 bis f-9 unter Variation des AnlöSENS, der Anzahl und Dauer der Waschgänge sowie der Trocknungszeit

gehalt ist wieder die Spannweite eingezeichnet, welche sich durch die Präzision des Verfahrens ergibt. Varianten, die innerhalb dieser Spannweite liegen, können als gleich angesehen werden, außerhalb liegende Varianten weisen einen signifikant niedrigeren Bindemittelgehalt auf.

Gemäß Bild 45 weist die Variante f-8 die größten Abweichungen im Bindemittelgehalt nach Rückgewinnung auf. Dies entspricht den Erfahrungen mit der auf 40 Minuten verkürzten Trocknungszeit (siehe Tabelle 32 und Bild 32).

Am geeignetsten scheinen die Varianten f-4, f-5, f-6 und f-7. Für eine abschließende Aussage müssen die Ergebnisse der Korngrößenverteilung berücksichtigt werden.

Die Korngrößenverteilungen der Varianten f-1 bis f-9 sind in Bild 46 dargestellt. Es sind wiederum keine wesentlichen Abweichungen von der Soll-Sieblinie zu erkennen.

Die Anteile Füller, Sand und Splitt werden im Folgenden einzeln betrachtet.

Bild 47 zeigt den Füllergehalt der untersuchten Varianten f-1 bis f-6. Zusätzlich ist die Spannweite eingezeichnet, welche sich durch die Präzision des Verfahrens ergibt. Varianten, die innerhalb dieser Spannweite liegen, können als gleich angesehen werden, außerhalb liegende Varianten weisen einen signifikant niedrigeren Füllergehalt auf.

Der Füllergehalt weicht für die Variante f-2 am stärksten ab. Vermutlich reichen drei Waschgänge

(auch bei einer Dauer von 10 Minuten) nicht aus, den kompletten Füller zu lösen bzw. auszuspülen. Die Varianten f-3, f-4 und f-5 erzielen die höchsten

und damit dem Soll-Wert am nächsten kommenden Werte.

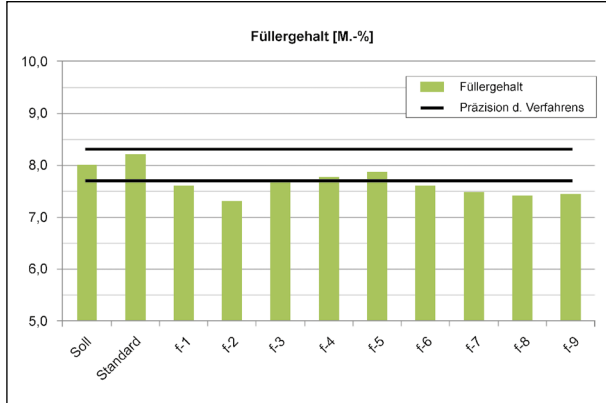


Bild 47: Ergebnisse der Extraktion – Füllergehalt der Varianten f-1 bis f-9 unter Variation des Anlössens, der Anzahl und Dauer der Waschgänge sowie der Trocknungszeit

Der Sandgehalt ist in Bild 48 dargestellt. Bis auf Variante f-7 liegen alle ermittelten Sandgehalte innerhalb der Spannweite und können aus prüftechnischer Sicht als gleich angesehen werden. Tendenziell kann auch die Variante f-8 als Abweichung angesehen werden.

Bild 49 zeigt schließlich die erzielten Splittgehalte der Varianten f-1 bis f-9. Die Varianten f-7 und f-8 liegen außerhalb der Spannweite, was jeweils mit dem Sandgehalt korreliert. Tendenziell weist auch die Variante f-9 eine hohe Abweichung auf.

Die Ergebnisse der ermittelten Zusammensetzungen sind in Tabelle 37 zusammengefasst und geeignete Varianten angegeben.

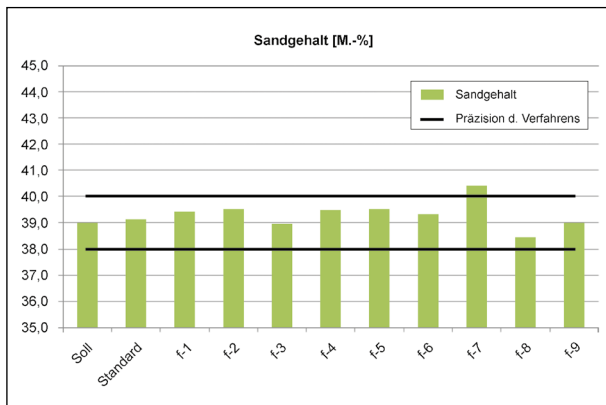


Bild 48: Ergebnisse der Extraktion – Sandgehalt der Varianten f-1 bis f-9 unter Variation des Anlössens, der Anzahl und Dauer der Waschgänge sowie der Trocknungszeit

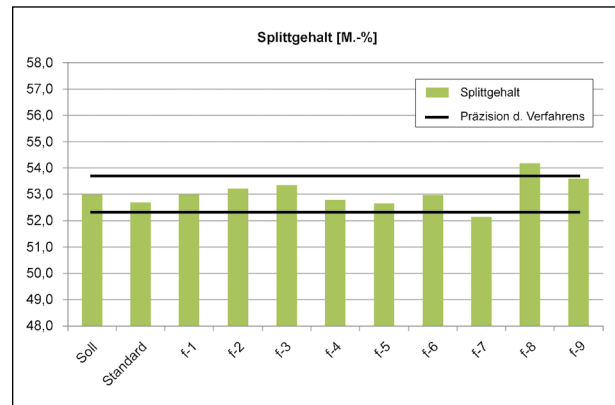


Bild 49: Ergebnisse der Extraktion – Splittgehalt der Varianten f-1 bis f-9 unter Variation des Anlössens, der Anzahl und Dauer der Waschgänge sowie der Trocknungszeit

Variante	Veränderung der Anteile				weitere Optimierung?
	Bindemittelgehalt	Füller	Sand	Splitt	
[-]	[-]	[-]	[-]	[-]	[-]
f – 1	↘	↘	=	=	nein
f – 2	↘	↓	=	=	nein
f – 3	↘	=	=	=	nein
f – 4	=	=	=	=	ja
f – 5	=	=	=	=	ja
f – 6	=	↘	=	=	ja
f – 7	=	↘	↗	↘	nein
f – 8	↘	↘	↘	↗	nein
f – 9	↘	↘	=	=	nein

Tab. 37: Zusammenfassung der Ergebnisse der Varianten für das Anlösen des Mischguts, Reduzierung von Anzahl und Dauer der Waschgänge und Variation der Trocknungsdauer

Der Zeitbedarf ist in Bild 50 dargestellt. Neben der erwarteten Dauer ist der Mittelwert der tatsächlichen Dauer eingetragen.

Die erwartete Dauer wird im allen Fällen überschritten. Mit den als geeignet angesehenen Varianten

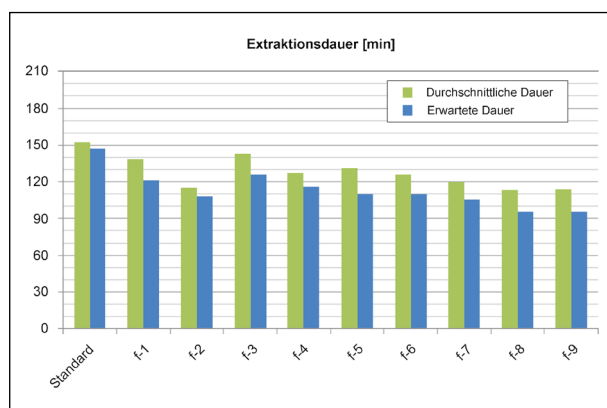


Bild 50: Ergebnisse der Extraktion – Erwartete und tatsächliche Extraktionsdauer der Varianten f-1 bis f-6 für das Anlösen des Mischguts, Reduzierung von Anzahl und Dauer der Waschgänge und Variation der Trocknungsdauer

f-4, f-5 und f-6 wird im Wesentlichen eine vergleichbare Dauer von 115 Minuten erreicht. Da die Varianten f-4 und f-5 ein zuvor durchzuführendes Anlösen mit einer Dauer von mindestens 4 Minuten benötigen (zzgl. der Vorbereitung und Einfüllen in den Asphaltanalysator), stellt die Variante f-6 die Vorzugsvariante dar.

## G Extraktion weiterer Asphaltarten/-sorten

Die hier ermittelten, optimalen Extraktionsbedingungen sollen, soweit möglich, für alle Asphaltarten/-sorten gelten. Daher wird überprüft inwieweit sich die Extraktionsbedingungen direkt auf Asphalte der Sorten AC 32 TS, AC 16 BS, SMA 8 S, PA 8 und MA 11 S übertragen lassen.

Die Zusammensetzungen der Asphaltarten kann Tabelle 38 entnommen werden. Dabei handelt es sich um die mittels Extraktion (mit Trichlorethylen) ermittelte Zusammensetzung. Zur Überprüfung der Extraktionsbedingungen wird für AC 32 T S Asphalt aus einem Mischwerk entnommen. Dabei treten Ab-

		AC 32 TS	AC 16 BS	SMA 8 S	PA 8	MA 11 S
Eingesetzte Baustoffe	-	Rhyolith, Ausbauasphalt	Gabbro, Kalksteinmehl	Moräne, Kalksteinmehl, Faserstoffe	Andesit, Gabbro, Kalksteinmehl, Faserstoffe	Diabas
Anteil Ausbauasphalt	%	50	-	-	-	-
Resultierende Bitmensorte	-	30/45	25/55-55A	25/55-55A	40/100-65A	20/30 NV
Bindemittelgehalt, gesamt	M.-%	4,5	4,4	7,2	6,7	7,1
Bindemittelgehalt, löslich, Rückgewinnung	M.-%	4,30	4,22	6,92	6,52	6,70
Bindemittelgehalt, löslich, Differenzverfahren	M.-%	4,34	4,26	6,96	6,67	
> 31,5 mm	M.-%	1,8	-	-	-	-
22,4 – 31,5 mm	M.-%	9,6	-	-	-	-
16,0 – 22,4 mm	M.-%	8,1	0,5	-	-	-
11,2 – 16,0 mm	M.-%	9,2	29,1	-	-	0,5
8,0 – 11,2 mm	M.-%	11,6	14,8	2,0	6,7	18,7
5,6 – 8,0 mm	M.-%	8,1	12,6	51,3	77,8	13,5
2,0 – 5,6 mm	M.-%	15,6	14,7	21,6	10,4	20,5
1,0 – 2,0 mm	M.-%	6,5	8,1	5,7	0,1	5,5
0,25 – 1,0 mm	M.-%	12,5	8,9	5,4	0,3	13,5
0,125 – 0,25 mm	M.-%	7,2	2,2	1,9	0,4	3,4
0,063 – 0,125 mm	M.-%	2,4	2,4	1,1	0,5	1,8
Splitt > 2,0 mm	M.-%	64,1	71,8	74,9	94,9	53,2
Sand 0,063 – 2,0 mm	M.-%	28,4	21,6	14,2	1,3	24,2
Füllergehalt < 0,063 mm	M.-%	7,3	6,5	10,9	3,8	22,6

Tab. 38: Zusammensetzung der eingesetzten Asphaltarten, ermittelt durch mehrfache Extraktion mit Tri

weichungen von der Erstprüfung auf, sodass eine Bewertung über die Soll-Zusammensetzung nicht mehr möglich ist. Aus diesem Grund wird das Material für AC 16 B S im Labor gemischt und überprüft. Für die Asphaltarten SMA 8 S und PA 8 sind die Abweichungen von der Erstprüfung so gering, dass Material aus dem Mischwerk eingesetzt werden kann.

Im Folgenden sind die erzielten Ergebnisse zur Optimierung der Destillationsbedingungen für die jede untersuchte Asphaltart dargestellt.

#### • AC 32 T S

Für dieses Asphaltmischgut wird die Trockenzeit bzw. die interne Destillationszeit auf 60 Minuten erhöht. Eine kürzere Destillationsdauer von 50 Minuten wäre zwar bzgl. einer korrekten Korngrößenverteilung möglich, liefert jedoch eine sehr große Menge an Bitumen/Lösemittelgemisch.

Die Korngrößenverteilungen in Bild 51 verdeutlichen zunächst die unvermeidbaren Abweichungen von der Soll-Sieblinie gemäß Erstprüfung. Im groben Kornbereich > 2 mm zeigen sich leichte Abweichungen bzgl. der Anteile der mit OME und Tri rückgewonnenen Fraktionen (alle 3-fach belegt). Diese

Abweichungen liegen jedoch innerhalb der Prüfpräzision und werden daher als praktisch gleich angesehen. Der einfache Mittelwertvergleich (Kapitel 3.6.2) liefert für alle Fraktionen Gleichheit bzgl. der Kornanteile. In Tabelle 39 sind die Ergebnisse für AC 32 T S zusammengefasst.

Die Betrachtung der Soll-Vorgaben gemäß Eignungsnachweis liefern im Regelfall keine nutzbaren Vergleichswerte, sodass im Folgenden auf einen statistischen Vergleich verzichtet wird.

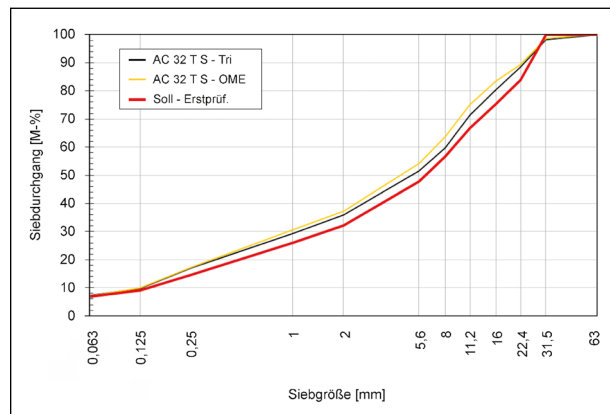


Bild 51: Ergebnisse der optimierten Extraktion – Korngrößenverteilungen der Variante AC 32 T S als Soll-Wert des Eignungsnachweises und ermittelt mittels Extraktion mit Tri und OME

		Soll	Tri	OME	Tri – OME gleich?
Bindemittelgehalt, gesamt	M.-%	3,9	4,5	4,4	-
Bindemittelgehalt, löslich, Rückgewinnung	M.-%	-	4,30	4,28	ja
Bindemittelgehalt, löslich, Differenzverfahren	M.-%	-	4,34	4,51	ja
> 31,5 mm	M.-%	-	1,8	1,4	ja
22,4 – 31,5 mm	M.-%	16,0	9,6	9,3	ja
16,0 – 22,4 mm	M.-%	8,7	8,1	6,0	ja
11,2 – 16,0 mm	M.-%	8,6	9,2	8,2	ja
8,0 – 11,2 mm	M.-%	10,1	11,6	11,6	ja
5,6 – 8,0 mm	M.-%	8,8	8,1	9,5	ja
2,0 – 5,6 mm	M.-%	15,6	15,6	16,8	ja
1,0 – 2,0 mm	M.-%	6,1	6,5	6,7	ja
0,25 – 1,0 mm	M.-%	11,5	12,5	13,3	ja
0,125 – 0,25 mm	M.-%	5,5	7,2	7,4	ja
0,063 – 0,125 mm	M.-%	2,2	2,4	2,9	ja
Splitt > 2,0 mm	M.-%	67,8	64,1	62,7	ja
Sand 0,063 – 2,0 mm	M.-%	25,3	28,4	30,3	ja
Füllergehalt < 0,063 mm	M.-%	6,9	7,3	7,0	ja
Benötigte Zeit	Min.	-	75	115	-

Tab. 39: Ergebnisse der Extraktion AC 32 T S ermittelt durch mehrfache Extraktion mit Tri und OME

Die Zeitdauer beträgt im Mittel 115 Minuten und kann gegenüber den Standardbedingungen um 35 Minuten reduziert werden.

#### • AC 16 B S

Die Korngrößenverteilungen in Bild 52 weisen nur geringe Abweichungen der unterschiedlichen Extraktionsmethoden auf.

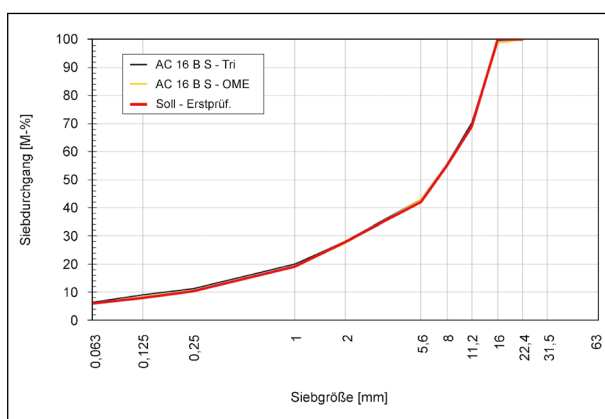


Bild 52: Ergebnisse der optimierten Extraktion: Korngrößenverteilungen der Variante AC 16 B S als Soll-Wert des Eignungsnachweises und ermittelt mittels Extraktion mit Tri und OME

Der einfache Mittelwertvergleich (Kapitel 3.6.2) liefert Gleichheit bzgl. der Kornanteile, mit Ausnahme der feinen Fraktionen Füller und 0,063 – 0,125 mm. Hier werden so geringe Streumaße ermittelt, dass auch kleinste Abweichungen als signifikant angesehen werden. Da sich die Mittelwerte jeweils um weniger als 1 M.-% unterscheiden und im Bereich der Prüfpräzision liegen, werden diese Werte als praktisch gleich angesehen. In Tabelle 40 sind die Ergebnisse für AC 16 B S zusammengefasst.

Die Zeitdauer beträgt im Mittel 100 Minuten und kann gegenüber den Standardbedingungen um 50 Minuten reduziert werden.

#### • SMA 8 S

Die Korngrößenverteilungen in Bild 53 weisen nur geringe Abweichungen der unterschiedlichen Extraktionsmethoden auf. Gegenüber den am AC 11 D S optimierten Extraktionsbedingungen kann die Trocknungszeit auf 20 Minuten reduziert werden.

Der einfache Mittelwertvergleich (Kapitel 3.6.2) liefert Gleichheit bzgl. der Kornanteile, mit Ausnahme der feinen Fraktionen Füller, 0,063 – 0,125 mm und Sand. Auch hier wurden so geringe Streumaße er-

		Soll	Tri	OME	Tri – OME gleich?
Bindemittelgehalt, gesamt	M.-%	4,30	4,4	4,4	-
Bindemittelgehalt, löslich, Rückgewinnung	M.-%	-	4,22	4,24	ja
Bindemittelgehalt, löslich, Differenzverfahren	M.-%	-	4,26	4,31	ja
> 31,5 mm	M.-%	-	-	-	-
22,4 – 31,5 mm	M.-%	-	-	-	-
16,0 – 22,4 mm	M.-%	-	0,5	1,2	ja
11,2 – 16,0 mm	M.-%	31,0	29,1	29,9	ja
8,0 – 11,2 mm	M.-%	14,0	14,8	13,6	ja
5,6 – 8,0 mm	M.-%	13,0	12,6	12,3	ja
2,0 – 5,6 mm	M.-%	14,0	14,7	15,3	ja
1,0 – 2,0 mm	M.-%	8,8	8,1	8,3	ja
0,25 – 1,0 mm	M.-%	8,8	8,9	8,7	ja
0,125 – 0,25 mm	M.-%	2,4	2,2	2,1	ja
0,063 – 0,125 mm	M.-%	2,0	2,4	2,8	nein
Splitt > 2,0 mm	M.-%	72,0	71,8	72,4	ja
Sand 0,063 – 2,0 mm	M.-%	22,0	21,6	21,9	ja
Füllergehalt < 0,063 mm	M.-%	6,0	6,5	5,7	nein
Benötigte Zeit	Min.	-	75	100	-

Tab. 40: Ergebnisse der Extraktion AC 16 B S ermittelt durch mehrfache Extraktion mit Tri und OME



mittelt, dass kleinste Abweichungen als signifikant angesehen werden. Da die Differenzen im Bereich der Prüfpräzision liegen werden diese Werte als praktisch gleich angesehen. In Tabelle 41 sind die Ergebnisse für SMA 8 S zusammengefasst.

Die Zeitdauer beträgt im Mittel 80 Minuten und kann gegenüber den Standardbedingungen um 70 Minuten reduziert werden.

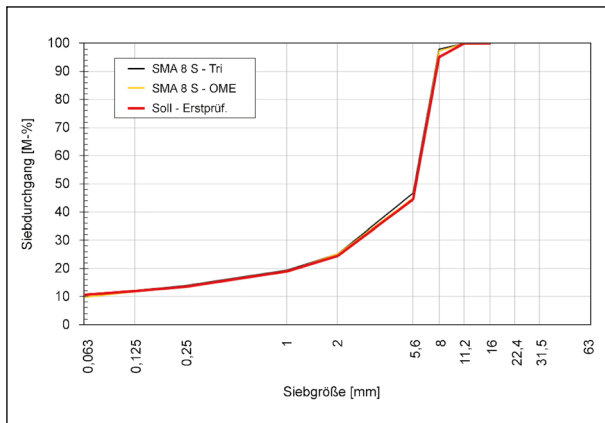


Bild 53: Ergebnisse der optimierten Extraktion – Korngrößenverteilungen der Variante SMA 8 S als Soll-Wert des Eignungsnachweises und ermittelt mittels Extraktion mit Tri und OME

#### • PA 8

Extraktionen mit PA 8 bei optimierten Extraktionsbedingungen funktionierten nicht. Das Sieb der Waschtrommel verstopft und die Hülse der Zentrifuge enthält noch OME. Als Ursache wird die hohe Waschtrommeltemperatur von 100 °C angesehen. Bei dieser Temperatur reagiert das Lösemittel OME offensichtlich stark mit den enthaltenen Polymeren, sodass diese Sieb und Hülse verstopfen. Bei abgesenkter Waschtrommeltemperatur auf 80 °C, kann eine vollständige Extraktion durchgeführt werden.

Die so erzielten Korngrößenverteilungen in Bild 54 weisen nur geringe Abweichungen zwischen den unterschiedlichen Extraktionsmethoden auf. Gegenüber den am AC 11 D S optimierten Extraktionsbedingungen kann die Trocknungszeit auf 30 Minuten reduziert werden.

Der einfache Mittelwertvergleich (Kapitel 3.6.2) liefert Gleichheit bzgl. der Kornanteile, mit Ausnahme des Füllers und des Überkornanteils. Beim Füller unterscheiden sich die Mittelwerte um einen M.-% und werden daher als praktisch gleich angesehen. Für den Überkornanteil (wie auch für den Füller) kann dies den Streuungen der Praxis entsprechen.

		Soll	Tri	OME	Tri – OME gleich?
Bindemittelgehalt, gesamt	M.-%	7,2	7,2	7,2	-
Bindemittelgehalt, löslich, Rückgewinnung	M.-%	-	6,92	6,92	ja
Bindemittelgehalt, löslich, Differenzverfahren	M.-%	-	7,11	6,96	ja
> 31,5 mm	M.-%	-	-	-	-
22,4 – 31,5 mm	M.-%	-	-	-	-
16,0 – 22,4 mm	M.-%	-	-	-	-
11,2 – 16,0 mm	M.-%	-	-	-	-
8,0 – 11,2 mm	M.-%	4,9	2,6	2,0	ja
5,6 – 8,0 mm	M.-%	50,6	52,4	51,3	ja
2,0 – 5,6 mm	M.-%	20,1	20,0	21,6	ja
1,0 – 2,0 mm	M.-%	5,4	6,0	5,7	ja
0,25 – 1,0 mm	M.-%	5,5	5,3	5,4	ja
0,125 – 0,25 mm	M.-%	1,5	2,1	1,9	ja
0,063 – 0,125 mm	M.-%	1,5	2,0	1,1	nein
Splitt > 2,0 mm	M.-%	75,6	75,0	74,9	ja
Sand 0,063 – 2,0 mm	M.-%	13,9	15,4	14,2	nein
Füllergehalt < 0,063 mm	M.-%	10,5	9,7	10,9	nein
Benötigte Zeit	Min.	-	75	80	-

Tab. 41: Ergebnisse der Extraktion SMA 8 S ermittelt durch mehrfache Extraktion mit Tri und OME

In Tabelle 42 sind die Ergebnisse für PA 8 zusammengefasst.

Tabelle 42 zeigt, dass der lösliche Bindemittelgehalt jeweils unterhalb des erwarteten Wertes (Tri) liegt, bei der Rückgewinnung sogar signifikant darunter. Hier liegt die Vermutung nahe, dass die Polymere im Bitumen in einer Form angegriffen werden (siehe auch Kapitel 4.1.5), dass Bitumen in der Waschkammer verbleibt. Visuell kann dies nicht bestätigt werden.

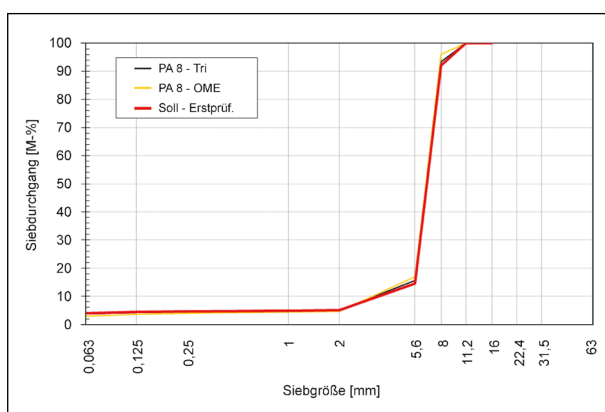


Bild 54: Ergebnisse der optimierten Extraktion – Korngrößenverteilungen der Variante PA 8 als Soll-Wert des Eignungsnachweises und ermittelt mittels Extraktion mit Tri und OME

Die Zeitdauer beträgt im Mittel 80 Minuten und kann gegenüber den Standardbedingungen um 70 Minuten reduziert werden.

#### • MA 11 S

Eine Extraktion mit Gussasphalt kann mit dem aktuellen System bislang nicht durchgeführt werden.

Die in ALISOV & WISTUBA (2015) vorgeschlagenen Extraktionsbedingungen können mit dem überarbeiteten Asphaltanalysator zwar übernommen werden, aber ein Lösewaschgang mit mehrfacher Wiederholung (Standard: 5 Waschgänge mit 5-facher Wiederholung) füllt den Destillationsturm so rasch, dass das Lösemittel nicht rechtzeitig destilliert werden kann und das Bitumen/Lösemittelgemisch in den internen Vorratsbehälter überläuft. Die anschließende Reinigung des Systems erfordert mehrere Tage, da das vorhandene Lösemittel komplett vom Bitumen abdestilliert werden muss. Eine Wiederholung mit 2-facher Wiederholung des Lösewaschgangs ergibt keine Verbesserung. Gegenüber den Standard-Bedingungen für Gussasphalt benötigt die Destillation aktuell deutlich mehr Zeit.

		Soll	Tri	OME	Tri – OME gleich?
Bindemittelgehalt, gesamt	M.-%	6,6	6,7	6,4	-
Bindemittelgehalt, löslich, Rückgewinnung	M.-%	-	6,52	6,24	nein
Bindemittelgehalt, löslich, Differenzverfahren	M.-%	-	6,67	6,34	ja
> 31,5 mm	M.-%	-	-	-	-
22,4 – 31,5 mm	M.-%	-	-	-	-
16,0 – 22,4 mm	M.-%	-	-	-	-
11,2 – 16,0 mm	M.-%	-	-	-	-
8,0 – 11,2 mm	M.-%	7,9	6,7	4,0	nein
5,6 – 8,0 mm	M.-%	77,6	77,8	79,0	ja
2,0 – 5,6 mm	M.-%	9,5	10,4	12,4	ja
1,0 – 2,0 mm	M.-%	0,1	0,1	0,1	ja
0,25 – 1,0 mm	M.-%	0,2	0,3	0,4	ja
0,125 – 0,25 mm	M.-%	0,3	0,4	0,4	ja
0,063 – 0,125 mm	M.-%	0,4	0,5	0,8	ja
Splitt > 2,0 mm	M.-%	95,0	94,9	95,4	ja
Sand 0,063 – 2,0 mm	M.-%	1,0	1,3	1,7	ja
Füllergehalt < 0,063 mm	M.-%	4,0	3,9	2,9	nein
Benötigte Zeit	Min.	-	75	97	-

Tab. 42: Ergebnisse der Extraktion PA 8 ermittelt durch mehrfache Extraktion mit Tri und OME

## H Zusammenfassung

Es wird ein Null-Durchlauf vor der ersten Extraktion empfohlen. Es sollte ein Programm gestartet werden, in dem z. B. nur Lösewaschgänge durchgeführt werden, um den Asphaltanalysator auf Betriebstemperatur zu bringen. Dieses könnte z. B. nach einer Software-Modifikation per Zeitschaltuhr vor Arbeitsbeginn starten.

Die erzielten Ergebnisse unter den variierten Extraktionsbedingungen werden wie folgt zusammengefasst:

1. Vorwärmen des Mischguts
 

Ein Einfluss des Vorwärmens – bei gleichzeitiger Reduzierung der Anzahl der Waschgänge – ist nicht zu erkennen. Eine Zeitersparnis ergibt sich nur aufgrund der Reduzierung der Waschgänge. Unabhängig von der Vorwärmtemperatur sind 2 Waschgänge (statt ursprünglich 5 Waschgänge) à 10 Minuten nicht ausreichend. 3 Waschgänge à 10 Minuten sind nur bedingt zu empfehlen. Mit 4 Waschgängen à 10 Minuten sind zufriedenstellende Ergebnisse zu erzielen. Die Zeiteinsparung liegt bei ca. 12 Minuten. Es ist zu beachten, dass ein externes Aufwärmen des Mischgutes die Zeitersparnis wieder aufhebt.
2. Trocknung außerhalb der Waschkammer
 

Mit einer stark verkürzten Trocknungsphase kann das Gestein entnommen und um ca. 30 Minuten schneller getrocknet und analysiert werden. Dabei ist zu beachten, dass das Bindemittel innerhalb der Extraktionsanlage nicht ausreichend destilliert (eingengt) werden kann. Es liegt ein Bitumen/Lösemittelgemisch mit deutlich höheren OME-Anteilen vor, welches ggf. mehrere Entnahme-Kolben benötigt und für die Rückgewinnung entsprechend länger destilliert werden muss. Dieser Ansatz ist nur in Sonderfällen zielführend.
3. Verkürzte Trocknungszeit
 

Eine Verkürzung der Trocknungszeit von 60 auf 50 Minuten liefert zufriedenstellende Resultate. Eine weitere Verkürzung auf 40 Minuten ist für die untersuchte Mischgutsorte AC 11 D S nur bedingt zu empfehlen. Auch hier gilt, dass die Trocknungszeit mit der internen Destillation (Einengen) des Bitumen/Lösemittelgemisches einhergeht und aus diesem Grund nicht weiter reduziert werden sollte.
4. Erhöhte Waschttemperatur
 

Durch eine erhöhte Waschttemperatur auf 90 °C bzw. 100 °C kann die Dauer der Waschgänge auf 8 bzw. 6 Minuten reduziert werden. Damit sind Zeiteinsparungen bis zu 20 Minuten möglich.
5. Anlösen der Bindemittelphase
 

Ein Anlösen der Bindemittelphase mittels Flaschenrollgerät funktioniert unproblematisch, bietet jedoch nur bedingt Vorteile. Ein Anlösen, kombiniert mit einer reduzierten Extraktionsdauer liefert keine zufriedenstellenden Ergebnisse bzgl. der Zusammensetzung. Wird eine korrekte Zusammensetzung ermittelt, benötigen diese Varianten im ersten Waschgang oftmals überproportional viel Zeit, um die Waschkammer und die Zentrifuge zu leeren. Somit wird mehr Zeit als bei der Standard-Extraktion benötigt.
6. Kombinierte Bedingungen
 

Von den untersuchten 9 Kombinationen bietet sich eine Variante zur praktischen Anwendung an:  
Keine Vorbehandlung der Probe, 5 Waschgänge à 5 Minuten, Waschttemperatur 100 °C, Trocknungszeit 50 Minuten. Die Dauer liegt bei ca. 115 Minuten, womit ca. 35 Minuten Zeit gespart werden können.  
Alle weiteren Varianten stoßen an die Grenzen für eine sichere Beurteilung der Zusammensetzung oder bieten keinen Zeitvorteil.
7. Weitere Asphaltarten
 

Eine direkte Übertragung der optimierten Extraktionsbedingungen auf die Asphaltarten AC 32 T S, AC 16 B S, SMA 8 S und PA 8 ist nicht möglich. Die Extraktionsbedingungen weisen für die untersuchten Asphalte eine Abhängigkeit von der oberen Siebgröße auf. Je größer die obere Siebgröße (Korngröße) ist, desto länger ist die Trocknungsphase. Dies steht in direktem Zusammenhang mit der zu extrahierenden Menge, da gemäß TP Asphalt-StB, Teil 1 das Hundertfache des Größtkorndurchmessers in mm untersucht wird. So benötigt die Mischgutsorte AC 32 T S ca. 60 Minuten in der Trocknungsphase, AC 16 B S ca. 40 Minuten und SMA 8 S nur 20 Minuten. Für PA 8 gilt ebenfalls diese Tendenz, jedoch ist hier das höher polymermodifizierte Bitumen zu berücksichtigen. Wie bereits in der Optimierung der Destillation festgestellt, löst OME

die Polymere an bedingt damit einen um ca. 0,3 M.-% niedrigeren Bindemittelgehalt als erwartet.

Effektive Einflussgrößen auf die Extraktionsdauer sind die Waschttemperatur und Trocknungsdauer. Die Dauer der Waschgänge kann bei erhöhter Waschttemperatur oder durch Vorwärmen der Probe reduziert werden. Die Trocknungsdauer könnte deutlich reduziert werden. Da aber zeitgleich das Bitumen/Lösemittelgemisch destilliert (eingengt) wird, muss so lange gewartet werden, bis eine praktisch zu nutzende Menge erreicht ist. Dies hängt im Wesentlichen von der Probenmenge und damit vom Größtkorn des Mischguts ab.

### 4.3 Beurteilung der chemischen Stabilität des Lösemittels OME

Die chemische Stabilität wird mittels Gaschromatografie mit Massenspektrometer (GCMS) beurteilt. Ausgehend von einer Null-Messung bei Start des Arbeitspaketes 3 wird in regelmäßigen Abständen, d. h. nach 10 Extraktionsdurchläufen, eine Probe des Lösemittels gezogen. Von diesen Proben wird eine Auswahl mittels GCMS auf mögliche Veränderungen untersucht.

Sofern sich der Reinheitsgrad des Lösemittels über die Verwendungszyklen ändert, werden chemische Nebenprodukte im Lösemittel erkennbar. Die Prüfergebnisse stammen von Biolab Umweltanalysen

GmbH, Braunschweig und sind im Anhang 1 dokumentiert.

Die bereits in ALISOV & WISTUBA (2015) festgestellten Bestandteile finden sich im Wesentlichen auch in der jetzt durchgeführten Null-Messung wieder, siehe dazu Tabelle 43 sowie Bild 55 und Bild 56.

Die jeweiligen Ausschläge werden sowohl qualitativ einem Stoff zugeordnet, als auch quantitativ als prozentualer Anteil angegeben.

Die hier ermittelten Stoffe (siehe Tabelle 43) entsprechen denen, die bereits in ALISOV & WISTUBA (2015) gefunden wurden. Aufgrund minimaler Änderungen in der Struktur der Stoffe, auch bei gleicher Summenformel, werden den Ausschlägen ggf. mehrere Stoffe zugeordnet. Weiterhin sind die Stoffe oftmals unter verschiedenen Namen gebräuchlich, sodass eine eindeutige Benennung kaum möglich ist. Es ist jedoch eindeutig zu erkennen, dass die Ausschläge in den Diagrammen jeweils an der gleichen Stelle erfolgen und damit die gleichen Stoffe detektieren.

Im Arbeitspaket 3 wird jeweils nach 10 Extraktionen (und Destillationen) das Lösemittel entnommen und die Proben werden nach 10, 40, 80 und 130 Vorgängen per GCMS untersucht. Die Ergebnisse nach 10 und 40 Extraktionsvorgängen können Bild 57 grafisch entnommen werden. In Bild 58 sind die Ergebnisse nach 80 und 130 Extraktionsvorgängen dargestellt.

Nr.	Zeit [s]	Anteil [%] nach Anzahl Extraktionsvorgängen					Bezeichnung Summenformel
		frisch	10	40	80	130	
1	5,7	0,23	0,33	0,14	0,08	-	Hexansäuremethylester C <sub>8</sub> H <sub>16</sub> O <sub>2</sub>
2	7,5	-	-	-	-	0,04	Indan C <sub>9</sub> H <sub>10</sub>
3	8,3	0,1	0,11	0,06	0,05	0,05	2-Nonanon C <sub>9</sub> H <sub>18</sub> O
4	8,4	0,16	0,2	0,13	0,11	0,07	Benzoessäuremethylester C <sub>9</sub> H <sub>10</sub> O <sub>2</sub>
5	8,8	99,03	99,15	99,55	99,13	99,68	Octansäuremethylester C <sub>9</sub> H <sub>18</sub> O <sub>2</sub>
6	9,8	0,08	0,06	0,09	0,07	0,05	Heptansäuremethylester C <sub>9</sub> H <sub>18</sub> O <sub>2</sub>
7	9,9	0,08	0,06	0,09	0,06	0,08	n-Dekan C <sub>10</sub> H <sub>22</sub>
8	10,2	-	-	-	0,04	-	Methylperlagonate C <sub>9</sub> H <sub>20</sub> O <sub>2</sub>
9	11,7	0,31	0,09	0,03	0,45	0,04	Decansäuremethylester C <sub>11</sub> H <sub>22</sub> O <sub>2</sub>

Tab. 43: Mittels GCMS ermittelte, wesentliche Stoffe im Lösemittel OME im frischen Zustand und nach 10, 40, 80 und 130 Extraktionsvorgängen

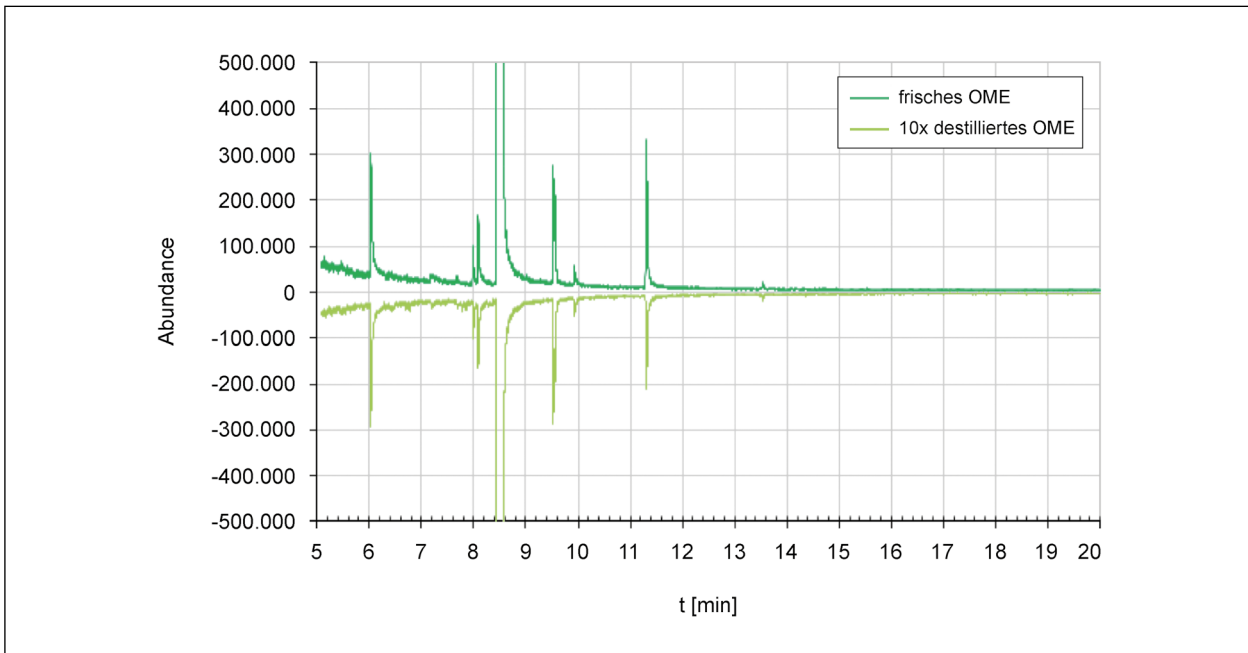


Bild 55: Ergebnisse der GCMS an OME aus ALISOV &amp; WISTUBA (2015)

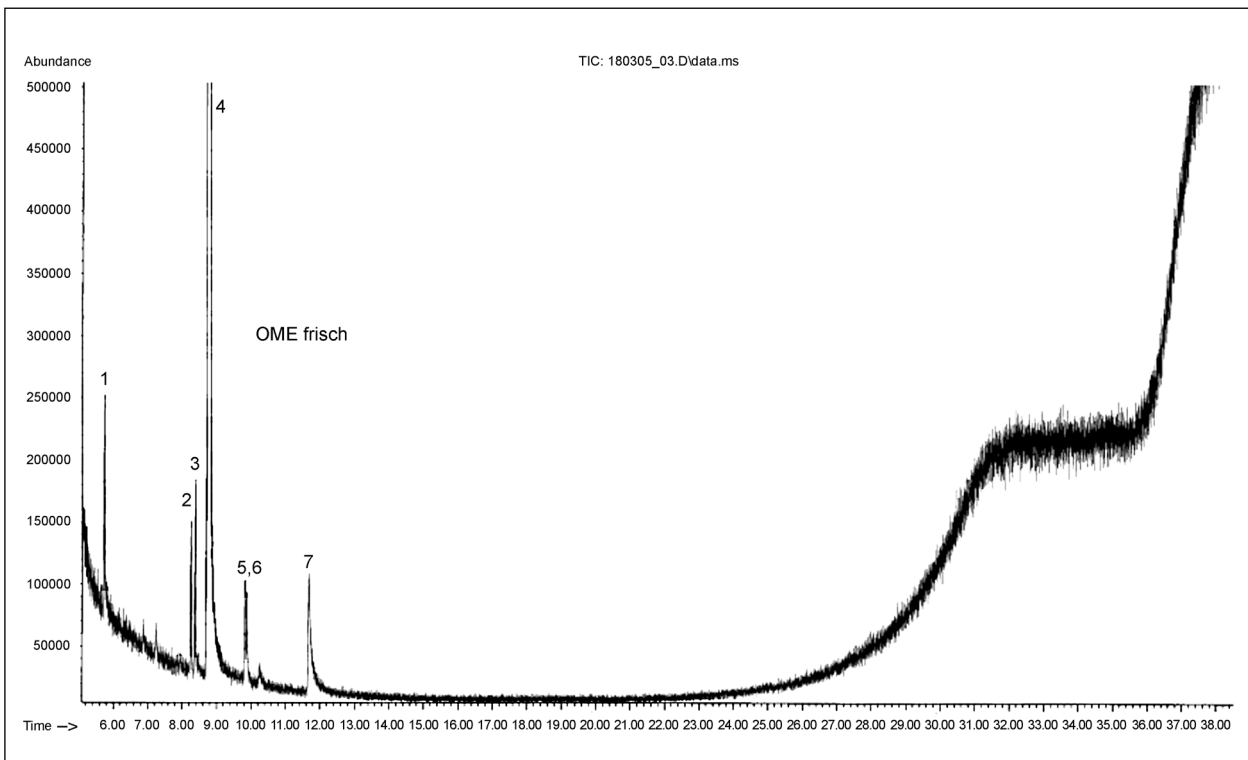


Bild 56: Ergebnisse der GCMS an OME, Null-Messung

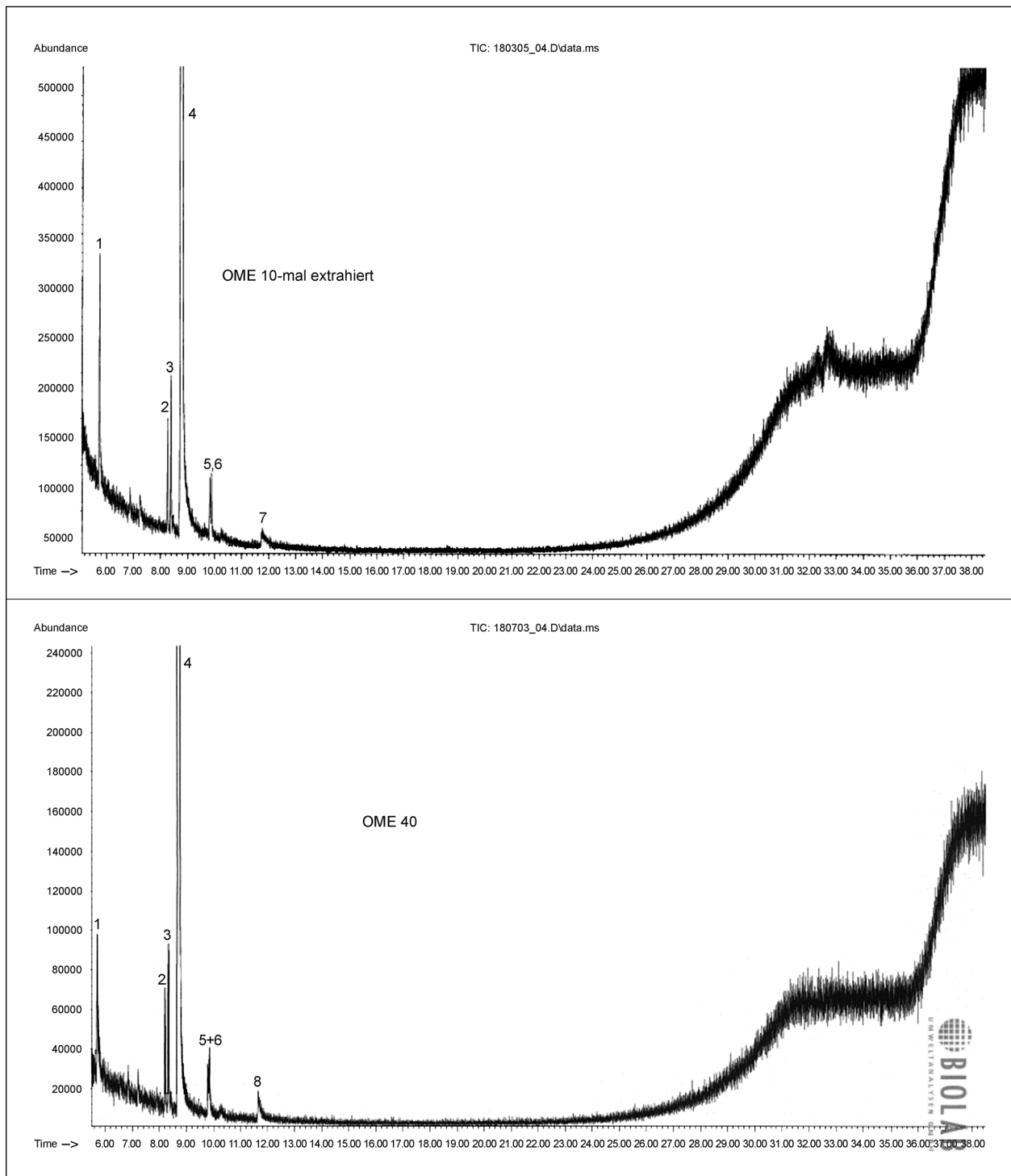


Bild 57: Ergebnisse der GCMS an OME nach 10 (oben) und 40 (unten) Extraktionsvorgängen



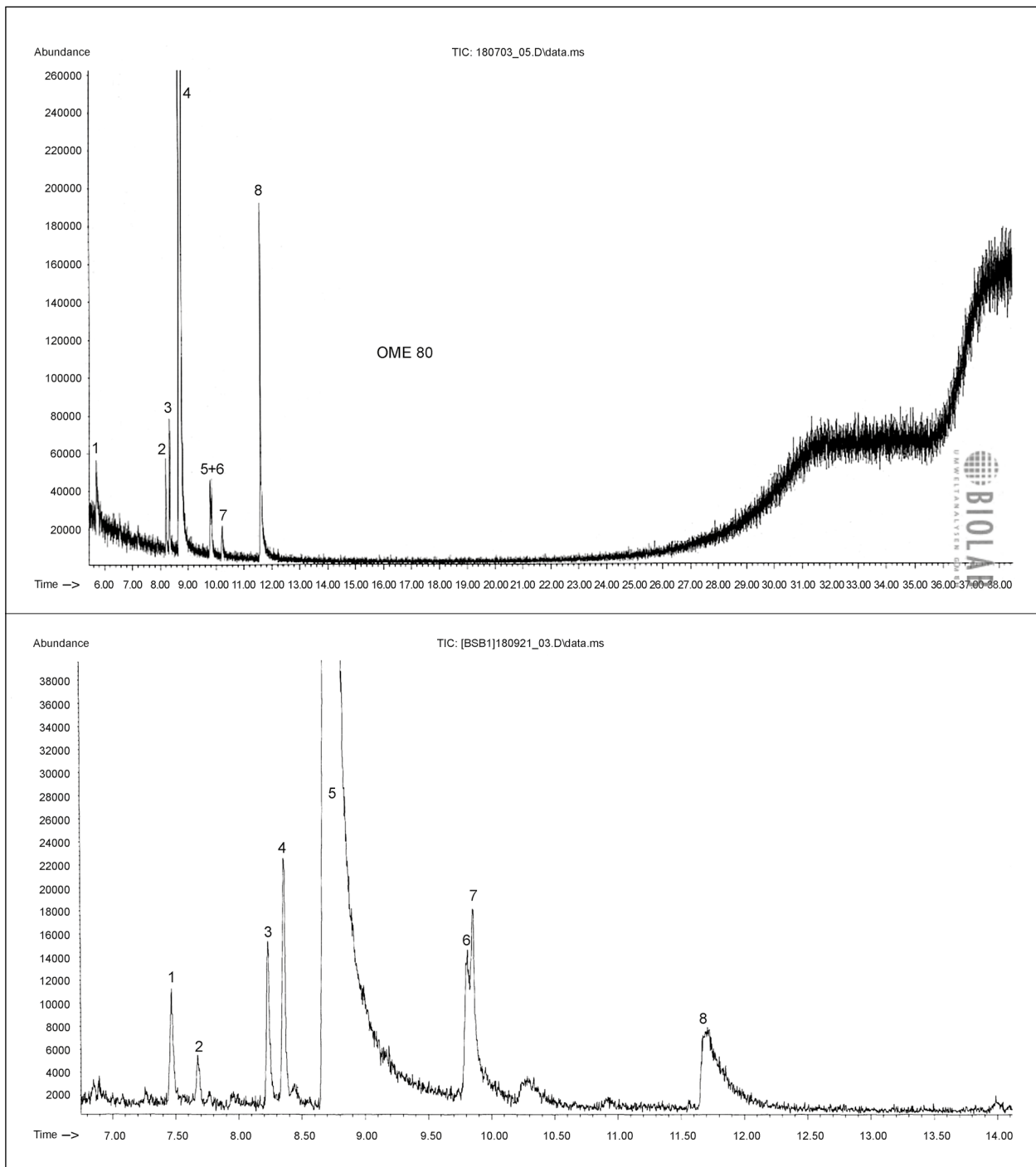


Bild 58: Ergebnisse der GCMS an OME nach 80 (oben) und 130 (unten) Extraktionsvorgängen

Es werden keine Verunreinigungen oder Nebenprodukte über die Anzahl der Extraktionsvorgänge erkannt.

In Bild 58 ist zu erkennen, dass der Ausschlag nach 5,7 s im oberen Diagramm im unteren nicht mehr zu erkennen ist. Dafür entstehen Ausschläge im Bereich von 7,5 s bzw. 7,7 s, wenn auch in deutlich geringerer Höhe.

Alle wesentlichen Veränderungen der Ausschläge sind in Tabelle 43 dokumentiert.

Die Veränderungen der Anteile verdeutlicht Bild 59.

Im Wesentlichen bleiben die detektierten Stoffe auch nach 130 Extraktionsvorgängen erhalten. Tendenziell nehmen die Anteile der Stoffe 1, 2 und 4 mit zunehmender Anzahl der Extraktionsvorgänge ab,

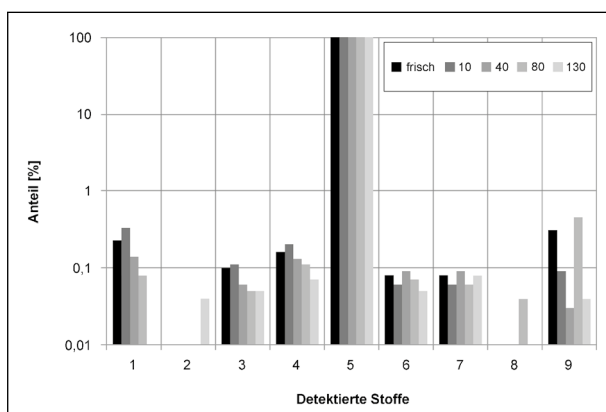


Bild 59: Veränderung der mittels GCMS am OME ermittelten Stoffe im frischen Zustand und nach 10, 40, 80 und 130 Extraktionsvorgängen

jedoch auf einem geringen Niveau. Es kann jedoch keine Zunahme bzgl. der Anteile für einen Stoff detektiert werden. Daher wird davon ausgegangen, dass insbesondere die Destillation Zersetzungsprozesse begünstigt, welche jedoch nicht den Reinheitsgrad des OME beeinflussen.

Nach aktuellem Kenntnisstand sind diese Veränderungen nur mittels GCMS detektierbar. Es werden weitere Messungen nach deutlich längeren Zeiträumen bzw. nach erhöhter Anzahl von Extraktionsvorgängen empfohlen.

#### 4.4 Beurteilung Arbeitsschutz

Sowohl WEINGART & KRÜGER (2012) als auch ALISOV & WISTUBA (2015) vermuteten, dass das Lösemittel OME aus toxikologischer Sicht unbedenklich ist. Die größten Einschränkungen ergaben sich aufgrund des penetranten Eigengeruches und sind wahrscheinlich psychosomatisch. Die Wahrnehmung durch OME-Lösemitteldämpfe im Labor ist stark subjektiv.

Weitere Einschränkungen wurden durch ALISOV & WISTUBA (2015) infolge der hohen Siedetemperatur und der geringen Verdunstung bei Raumtemperatur beobachtet. An Laborgeräten befindliche Lösemittelrückstände bleiben als Schmierfilm erhalten und erfordern besondere Aufmerksamkeit des Laborpersonals.

Die von ALISOV & WISTUBA (2015) empfohlenen Arbeitsschutzmaßnahmen werden auch bei diesem Forschungsprojekt angewandt.

Zusätzlich werden die Stabsstelle für Arbeitssicherheit und Gesundheitsvorsorge der TU Braun-

schweig und der Betriebsarzt der TU Braunschweig involviert sowie die für die Technische Universität Braunschweig zuständige Landesunfallkasse und das Bundesamt für Arbeitsschutz und Arbeitsmedizin, Fachbereich 4 „Gefahrstoffe und biologische Arbeitsstoffe“, Gruppe 4.2 „Medizinischer Arbeitsschutz, Biomonitoring“.

Nach Aussage aller kontaktierten Stellen, gelten grundsätzlich die vom Hersteller mitzuliefernden Sicherheitsdatenblätter.

Das Sicherheitsdatenblatt soll eine kurze, aber vollständige und verständliche Beschreibung der verschiedenen toxischen Auswirkungen auf die Gesundheit leisten, die sich beim Kontakt mit dem Stoff oder der Zubereitung für den Verwender ergeben können (HEGER, 2003).

Gemäß der Verordnung (EU) 2015/830 der Kommission vom 28. Mai 2015 zur Änderung der Verordnung (EG) Nr. 1907/2006 des Europäischen Parlaments und des Rates zur Registrierung, Bewertung, Zulassung und Beschränkung chemischer Stoffe (REACH) sind u. a. die folgenden Anforderungen an die Erstellung des Sicherheitsdatenblattes zu erfüllen (Zitat):

„0.2 Allgemeine Anforderungen an die Erstellung eines Sicherheitsdatenblatts

0.2.1 Das Sicherheitsdatenblatt muss die Verwender in die Lage versetzen, die erforderlichen Maßnahmen zum Schutz der menschlichen Gesundheit und der Sicherheit am Arbeitsplatz sowie zum Schutz der Umwelt zu ergreifen. Der Ersteller des Sicherheitsdatenblatts muss berücksichtigen, dass ein Sicherheitsdatenblatt seine Adressaten über die Gefahren eines Stoffs oder eines Gemischs informieren sowie Angaben über die sichere Lagerung, Handhabung und Entsorgung des Stoffs oder des Gemischs enthalten muss.

1.2 Relevante identifizierte Verwendungen des Stoffs oder Gemischs und Verwendungen, von denen abgeraten wird

Es sind zumindest die identifizierten Verwendungen, die für die Abnehmer des Stoffs oder Gemischs relevant sind, anzugeben. Dabei handelt es sich um eine kurze Beschreibung der beabsichtigten Wirkung des Stoffs oder Gemischs, wie zum Beispiel ‚Flammschutzmittel‘ oder ‚Antioxidationsmittel‘. Die Verwendungen, von denen der Lieferant abrät, und die Gründe dafür sind

gegebenenfalls anzugeben. Diese Liste muss nicht erschöpfend sein. Ist ein Stoffsicherheitsbericht vorgeschrieben, müssen die Angaben in diesem Unterabschnitt des Sicherheitsdatenblatts mit den identifizierten Verwendungen im Stoffsicherheitsbericht und den im Anhang des Sicherheitsdatenblatts aufgeführten Expositionsszenarien des Stoffsicherheitsberichts übereinstimmen.

### 7.3 Spezifische Endanwendungen

Für Stoffe und Gemische, die für spezifische Endanwendungen hergestellt wurden, müssen sich die Empfehlungen auf die in Unterabschnitt 1.2 genannten identifizierten Verwendungen beziehen und ferner ausführlich und praxistauglich sein. Ist ein Expositionsszenario beigefügt, kann darauf verwiesen werden, oder es sind die in den Unterabschnitten 7.1 und 7.2 verlangten Angaben zu machen. Hat ein Akteur der Lieferkette eine Stoffsicherheitsbeurteilung für das Gemisch durchgeführt, brauchen das Sicherheitsdatenblatt und die Expositionsszenarien nur mit dem Stoffsicherheitsbericht für das Gemisch und nicht mit den Stoffsicherheitsberichten für jeden in dem Gemisch enthaltenen Stoff übereinstimmen. Falls branchen- oder sektorspezifische Leitlinien verfügbar sind, kann (unter Angabe von Quelle und Erscheinungsdatum) ausführlich darauf Bezug genommen werden.“

Gemäß diesen Anforderungen sollte ein Sicherheitsdatenblatt die spezifische Endanwendung berücksichtigen und mögliche Expositionsszenarien bzgl. der Anwendung beinhalten. Dazu müssten auch mögliche Stoffe, welche sich während der Anwendung ergeben (z. B. bei Zersetzungsprozessen), bzgl. der Arbeitssicherheit beurteilt werden.

Diese Beurteilung ist jedoch zeit- und kostenintensiv. Für Hersteller stellt dies eine finanzielle Hürde dar (Aufwand-Nutzen-Betrachtung). Das Produkt wäre dann nur zur allgemeinen Nutzung (z. B. als Reiniger oder zur Synthese) zu deklarieren. Findet sich kein Hersteller, der das Sicherheitsdatenblatt bzgl. dieser speziellen Nutzung erweitern will, wird eine Ausschreibung empfohlen, welche mögliche Expositionsszenarien und dabei entstehende Stoffe detektieren soll.

### 4.4.1 Gefährdungsanalyse

Da gemäß den Sicherheitsdatenblättern keine Informationen bzgl. der Nutzung zur Extraktion vorliegen, wird an dieser Stelle die Gefährdung gemäß Gefahrstoffverordnung (GefStoffV, 2017) §6 verkürzt beurteilt. Eine praktische Umsetzung ist in (BORN, CARL, SCHNEIDER, 2017) oder den TRGS 400 (2017) beschrieben.

Die Gefährdungsanalyse besteht aus den Teilen:

1. Festlegung der Tätigkeiten, Arbeitsbereiche
2. Ermittlung von Informationen über den eingesetzten Stoff OME
3. Durchführung der Gefährdungsbeurteilung Inhalative, dermale und physikalisch-chemische Gefährdung ermitteln.
4. Bewertung der Gefährdung
5. Schutzmaßnahmen festlegen

#### Zu 1:

Als Arbeitsbereich wird immer das Asphaltlabor, genau der Bereich der Extraktion von Bitumen und Gestein aus Asphalt inkl. der Destillation des Lösemittels angenommen. Bei folgenden Tätigkeiten kann OME freigesetzt werden:

- Befüllen einer automatischen Extraktionsanlage mit Octansäuremethylester
- Betreiben dieser Anlage in der Reihenfolge: Einlegen einer Waschtrommel mit Asphaltmischgut, Einsetzen eines Zentrifugenbeckens, Anhängen eines Entnahmekolbens, Entnahme der Waschtrommel, Entnahme des Zentrifugenbeckens und Abhängen des Entnahmekolbens.
- Abdestillieren des Lösemittels aus dem Entnahmekolben mittels Rotationsverdampfer in der Reihenfolge: Anhängen des Entnahme- und Rückgewinnungskolbens, Durchführung der Destillation und Abhängen beider Kolben.
- Sammlung des rückdestillierten Lösemittels zum erneuten Befüllen der automatischen Extraktionsanlage.

#### Zu 2:

Hierzu dienen im Wesentlichen die Sicherheitsdatenblätter der Hersteller.

- Sicherheitsdatenblatt Fa. Roth (ROTH, 2016),
- Sicherheitsdatenblatt Fa. Merck (MERCK, 2017),
- Sicherheitsdatenblatt Fa. Sigma-Aldrich (SIGMA-ALDRICH, 2018) und
- GESTIS-Stoffdatenbank des Instituts für Arbeitsschutz (IFA, 2018).

Die Sicherheitsdatenblätter geben im Regelfall eine Aussage, ob ein Gefahrstoff vorliegt. Eine weitere Einstufung als möglicher Gefahrstoff erfolgt über die folgenden Quellen:

- Gemäß der Tabelle 3.1 der CLP-Verordnung (EG) Nr. 1272/2008, Stand 01/2011, wird OME nicht als Gefahrstoff gelistet.
- Gemäß den TRGS 401 (2011) „Gefährdung durch Hautkontakt Ermittlung – Beurteilung – Maßnahmen“, liegt mit dem H-Satz „H315 Verursacht Hautreizungen“ bei kleinflächigem, kurzfristigem Hautkontakt eine geringe Gefährdung vor. Es müssen allgemeine Hygienemaßnahmen ergriffen werden. Diese sind in Tabelle 49 beschrieben.
- Mit dem Hinweis „Bei Erwärmung: Dämpfe können mit Luft explosionsfähige Gemische bilden“ in den Sicherheitsdatenblättern, wird gemäß den TRGS 800 (2011) „Brandschutzmaßnahmen“ eine normale Brandgefährdung angenommen. Beispiele für zu treffende Maßnahmen sind in Tabelle 50 beschrieben.
- Eine allgemeine physikalisch-chemische Gefährdung gemäß TRGS 400 (2018) „Gefährdungsbeurteilung für Tätigkeiten mit Gefahrstoffen“ wird nicht erkannt.
- In den TRGS 900 (2018) „Arbeitsplatzgrenzwerte“ wird OME nicht aufgeführt.
- In den TRGS 903 (2013) „Biologische Grenzwerte“ wird OME nicht aufgeführt.
- In der Verordnung (EG) Nr. 1907/2006 (REACH) des Europäischen Parlaments und des Rates vom 18.12.2006 wird OME nicht aufgeführt.
- Als belästigende Eigenschaft ist bei der Maßnahmenfestlegung die starke Geruchsbildung zu berücksichtigen.

Da für OME eine hautreizende Wirkung gegeben ist, wird OME im Sinne der TRGS 400 als Gefahrstoff eingestuft. Es sind entsprechende Maßnahmen zu ergreifen.

### Zu 3:

Die Gefährdungsbeurteilung unterscheidet Tätigkeiten mit inhalativen (Einatmen), dermalen (Hautkontakt), physikalisch-chemischen (z. B. Brandgefährdung und Explosionsgefährdung) und sonstigen (durch den Gefahrstoff bedingten) Gefährdungen, wie z. B. durch Temperatur oder Druck.

- Inhalative Gefährdungen
  - Beim Befüllen einer automatischen Extraktionsanlage mit Octansäuremethylester können Dämpfe eingeatmet werden.
  - Beim Betreiben dieser Anlage insbesondere bei Entnahme der Waschtrommel, bei Entnahme des Zentrifugenbeckens und beim Abhängen des Entnahmekolbens können heiße Dämpfe eingeatmet werden.
  - Beim Abdestillieren des Lösemittels können bei der Entnahme Dämpfe aus dem Kolben eingeatmet werden.
  - Bei der Sammlung des rückdestillierten Lösemittels können Dämpfe eingeatmet werden.
- Dermale Gefährdungen, inkl. oraler Gefährdungen
  - Beim Befüllen einer automatischen Extraktionsanlage mit OME kann dieses in geringen Mengen (Tropfen) freigesetzt werden.
  - Beim Abdestillieren des Lösemittels können aus dem Rückgewinnungskolben geringe Mengen (Tropfen) freigesetzt werden.
  - Bei der Sammlung des rückdestillierten Lösemittels zum erneuten Befüllen der automatischen Extraktionsanlage können Tropfen von OME freigesetzt werden.
  - Oral kann OME z. B. über Spritzer auf die Hand und beim Abwischen des Gesichts oder bei einer unzureichenden Hygiene aufgenommen werden.
- Physikalisch-chemisch Gefährdungen
  - Es sind keine Gefährdungen bekannt.

### Zu 4:

Im Sinne der TRGS 400 ist OME prinzipiell als Gefahrstoff einzustufen. Eine Einstufung in wichtige

Gefährdungskategorien sind nach BORN, CARL & SCHNEIDER (2017) in Tabelle 44 dargestellt.

Die Löslichkeit (in Wasser) und der Wert Log KOW (n-Octanol/Wasser-Verteilungskoeffizient) sind insbesondere für Umweltbetrachtungen relevant und bleiben hier außer Betracht.

Eigenschaft	Wert	Gefährdungskategorie
Dampfdruck	1,33 hPa (34 °C), 1 hPa (25 °C)	niedrig
Siedetemperatur	193 °C (1013 hPa)	niedrig
Flammpunkt	68 °C, 82 °C (1.013 hPa)	niedrig
pH-Wert	nicht verfügbar	-
Untere Explosionsgrenze UEG	nicht verfügbar	-
Zündtemperatur	290 °C (ECHA)	mittel
Löslichkeit	64,4 mg/l (20 °C)	mittel
Log KOW	3,32 (ECHA)	hoch

Tab. 44: Einstufung vom OME in Gefährdungskategorien nach BORN, CARL & SCHNEIDER (2017)

#### Zu 5:

Da OME als Gefahrstoff gilt und zumindest für die Zündtemperatur eine mittlere Gefährdungskategorie anzugeben ist, müssen Schutzmaßnahmen ergriffen werden. Die Rangfolge der Maßnahmen erfolgt nach dem STOP-Prinzip:

S – Substitution

T – Technische Maßnahmen

O – Organisatorische Maßnahmen

P – Personenbezogene Maßnahmen

Die „Substitution“ von OME entfällt an dieser Stelle, da hier bereits das Substitut beurteilt wird.

Als „technische Maßnahmen“ müssen zunächst die Grundpflichten (§ 7) der Gefahrstoffverordnung (GefStoffV, 2017) und die Allgemeinen Schutzmaßnahmen (§ 8) angewandt werden. Diese sind auszugsweise in Tabelle 45 sowie Tabelle 46 angegeben.

Sind diese Maßnahmen ausreichend (bei geringer Gefährdung), kann das Schutzmaßnahmenkonzept

#### § 7 Grundpflichten (Auszug, nicht vollständig)

- (1) Der Arbeitgeber darf eine Tätigkeit mit Gefahrstoffen erst aufnehmen lassen, nachdem eine Gefährdungsbeurteilung nach § 6 durchgeführt und die erforderlichen Schutzmaßnahmen nach Abschnitt 4 ergriffen worden sind.
- (2) Um die Gesundheit und die Sicherheit der Beschäftigten bei allen Tätigkeiten mit Gefahrstoffen zu gewährleisten, hat der Arbeitgeber die erforderlichen Maßnahmen nach dem Arbeitsschutzgesetz und zusätzlich die nach dieser Verordnung erforderlichen Maßnahmen zu ergreifen.
- (4) Der Arbeitgeber hat Gefährdungen der Gesundheit und der Sicherheit der Beschäftigten bei Tätigkeiten mit Gefahrstoffen auszuschließen. Ist dies nicht möglich, hat er sie auf ein Minimum zu reduzieren. Diesen Geboten hat der Arbeitgeber durch die Festlegung und Anwendung geeigneter Schutzmaßnahmen Rechnung zu tragen. Dabei hat er folgende Rangfolge zu beachten:
  1. Gestaltung geeigneter Verfahren und technischer Steuerungseinrichtungen von Verfahren, den Einsatz emissionsfreier oder emissionsarmer Verwendungsformen sowie Verwendung geeigneter Arbeitsmittel und Materialien nach dem Stand der Technik,
  2. Anwendung kollektiver Schutzmaßnahmen technischer Art an der Gefahrenquelle, wie angemessene Be- und Entlüftung, und Anwendung geeigneter organisatorischer Maßnahmen,
  3. sofern eine Gefährdung nicht durch Maßnahmen nach den Nummern 1 und 2 verhütet werden kann, Anwendung von individuellen Schutzmaßnahmen, die auch die Bereitstellung und Verwendung von persönlicher Schutzausrüstung umfassen.
- (5) Beschäftigte müssen die bereitgestellte persönliche Schutzausrüstung verwenden, solange eine Gefährdung besteht.
- (6) Der Arbeitgeber stellt sicher, dass
  1. die persönliche Schutzausrüstung an einem dafür vorgesehenen Ort sachgerecht aufbewahrt wird,
  2. die persönliche Schutzausrüstung vor Gebrauch geprüft und nach Gebrauch gereinigt wird und
  3. schadhafte persönliche Schutzausrüstung vor erneutem Gebrauch ausgebessert oder ausgetauscht wird.
- (7) Der Arbeitgeber hat die Funktion und die Wirksamkeit der technischen Schutzmaßnahmen regelmäßig, mindestens jedoch jedes dritte Jahr, zu überprüfen.
- (8) Der Arbeitgeber stellt sicher, dass die Arbeitsplatzgrenzwerte eingehalten werden. Er hat die Einhaltung durch Arbeitsplatzmessungen oder durch andere geeignete Methoden zur Ermittlung der Exposition zu überprüfen. (9) Sofern Tätigkeiten mit Gefahrstoffen ausgeübt werden, für die kein Arbeitsplatzgrenzwert vorliegt, hat der Arbeitgeber regelmäßig die Wirksamkeit der ergriffenen technischen Schutzmaßnahmen durch geeignete Ermittlungsmethoden zu überprüfen, zu denen auch Arbeitsplatzmessungen gehören können.

Tab. 45: Gefahrstoffverordnung – Auszüge aus § 7 Grundpflichten

§ 8 Allgemeine Schutzmaßnahmen (Auszug, nicht vollständig)

- (1) Der Arbeitgeber hat bei Tätigkeiten mit Gefahrstoffen die folgenden Schutzmaßnahmen zu ergreifen:
1. geeignete Gestaltung des Arbeitsplatzes und geeignete Arbeitsorganisation,
  2. Bereitstellung geeigneter Arbeitsmittel für Tätigkeiten mit Gefahrstoffen und geeignete Wartungsverfahren zur Gewährleistung der Gesundheit und Sicherheit der Beschäftigten bei der Arbeit,
  3. Begrenzung der Anzahl der Beschäftigten, die Gefahrstoffen ausgesetzt sind oder ausgesetzt sein können,
  4. Begrenzung der Dauer und der Höhe der Exposition,
  5. angemessene Hygienemaßnahmen, insbesondere zur Vermeidung von Kontaminationen, und die regelmäßige Reinigung des Arbeitsplatzes,
  6. Begrenzung der am Arbeitsplatz vorhandenen Gefahrstoffe auf die Menge, die für den Fortgang der Tätigkeiten erforderlich ist,
  7. geeignete Arbeitsmethoden und Verfahren, welche die Gesundheit und Sicherheit der Beschäftigten nicht beeinträchtigen oder die Gefährdung so gering wie möglich halten, einschließlich Vorkehrungen für die sichere Handhabung, Lagerung und Beförderung von Gefahrstoffen und von Abfällen, die Gefahrstoffe enthalten, am Arbeitsplatz.
- (2) Der Arbeitgeber hat sicherzustellen, dass
1. alle verwendeten Stoffe und Gemische identifizierbar sind,
  2. gefährliche Stoffe und Gemische innerbetrieblich mit einer Kennzeichnung versehen sind, die ausreichende Informationen über die Einstufung, über die Gefahren bei der Handhabung und über die zu beachtenden Sicherheitsmaßnahmen enthält; vorzugsweise ist eine Kennzeichnung zu wählen, die der Verordnung (EG) Nr. 1272/2008 entspricht,
  3. Apparaturen und Rohrleitungen so gekennzeichnet sind, dass mindestens die enthaltenen Gefahrstoffe sowie die davon ausgehenden Gefahren eindeutig identifizierbar sind. Solange der Arbeitgeber den Verpflichtungen nach Satz 1 nicht nachgekommen ist, darf er Tätigkeiten mit den dort genannten Stoffen und Gemischen nicht ausüben lassen.
- (3) Der Arbeitgeber hat gemäß den Ergebnissen der Gefährdungsbeurteilung nach § 6 sicherzustellen, dass die Beschäftigten in Arbeitsbereichen, in denen sie Gefahrstoffen ausgesetzt sein können, keine Nahrungs- oder Genussmittel zu sich nehmen. Der Arbeitgeber hat hierfür vor Aufnahme der Tätigkeiten geeignete Bereiche einzurichten.
- (4) Der Arbeitgeber hat sicherzustellen, dass durch Verwendung verschließbarer Behälter eine sichere Lagerung, Handhabung und Beförderung von Gefahrstoffen auch bei der Abfallentsorgung gewährleistet ist.
- (5) Der Arbeitgeber hat sicherzustellen, dass Gefahrstoffe so aufbewahrt oder gelagert werden, dass sie weder die menschliche Gesundheit noch die Umwelt gefährden. (...) Insbesondere dürfen Gefahrstoffe nicht in solchen Behältern aufbewahrt oder gelagert werden, durch deren Form oder Bezeichnung der Inhalt mit Lebensmitteln verwechselt werden kann. Sie dürfen nur übersichtlich geordnet und nicht in unmittelbarer Nähe von Arznei-, Lebens- oder Futtermitteln, einschließlich deren Zusatzstoffe, aufbewahrt oder gelagert werden.
- (6) Der Arbeitgeber hat sicherzustellen, dass Gefahrstoffe, die nicht mehr benötigt werden, und entleerte Behälter, die noch Reste von Gefahrstoffen enthalten können, sicher gehandhabt, vom Arbeitsplatz entfernt und sachgerecht gelagert oder entsorgt werden.

Tab. 46: Gefahrstoffverordnung – Auszüge aus § 8 Allgemeinen Schutzmaßnahmen

als abgeschlossen gelten. OME wird aufgrund der Zündtemperatur einer höheren Kategorie zugeordnet, sodass zusätzliche gefährdungsbezogene Maßnahmen (§§ 9-11) der Gefahrstoffverordnung ergriffen werden müssen. Auszüge von §9 sind in Tabelle 47, Auszüge von § 11 in Tabelle 48 angegeben.

Zur Umsetzung dieser Anforderungen wird empfohlen:

- Die Extraktionsanlage steht generell unter einem Abzug bzw. in einer geschlossenen Absaugung.
  - Die Extraktionsanlage soll als geschlossenes System ausgeführt sein.
  - Der Transport von OME soll nur in geschlossenen Behältern erfolgen. Ein besonderes System, wie z. B. safetainer® der SAFECHEM, ist nicht erforderlich.
  - Alle Arbeiten mit OME sollen unter einem Abzug bzw. mit einer Absaugung erfolgen. Hinweis: OME-Dämpfe sind schwerer als Luft.
  - Die Lagerung von OME erfolgt in geschlossenen Behältern. Gemäß den TRGS 510 (2015) entspricht OME der Lagerklasse 10-13. Ein gesondertes Lager ist erst ab Mengen > 1.000 kg notwendig.
- Als „organisatorische Maßnahmen“ sind die folgenden Punkte zu veranlassen:
- Informationen der Beschäftigten: Beschäftigte müssen Kenntnis über den Gefahrstoff haben.
  - Zugang zu den Sicherheitsdatenblättern;
  - Betriebsanweisungen: Ein Beispiel für den Betrieb der Extraktionsanlage ist in Bild 60 und für den Umgang mit OME in Bild 61 angegeben.
  - Mündliche Unterweisungen und



- arbeitsmedizinisch-toxikologische Beratung:  
Nach aktuellem Kenntnisstand ist diese Beratung nicht notwendig.

Die „personenbezogenen Maßnahmen“ umfassen im Wesentlichen Persönliche Schutzausrüstung (PSA) bzgl.:

- Handschutz: Gemäß Sicherheitsdatenblatt, Beispiel: Material Nitrilkautschuk, Minimale Schichtdicke: 0,4 mm, Durchbruchzeit: 267 min, Material getestet: Camatril® (KCL 730/Aldrich Z677442, Grösse M).
- Augenschutz: Gemäß Sicherheitsdatenblatt, Beispiel: Schutzbrille mit Seitensichtschutz gemäß EN 166.

- Atemschutz: Aufgrund der Schutzmaßnahmen nicht erforderlich, im Havariefall gemäß Sicherheitsdatenblatt.

- Körperschutz: Schutzkleidung wie z. B. Kittel oder Schürzen, Schutzanzüge sind aufgrund der Gefährdungsbeurteilung nicht erforderlich.

- Fußschutz: Allgemein wird ein Fußschutz (Schutzschuhe gemäß DGUV-Regel 112-991) empfohlen, zumindest geschlossenes Schuhwerk.

Die bisher gesammelten Erfahrungen und Erkenntnisse sind in den „Hinweisen für den Umgang mit OME bei der Bindemittelextraktion aus Asphaltmischgut“ in Bild 62 zusammengestellt.

#### § 9 Zusätzliche Schutzmaßnahmen (Auszüge, nicht vollständig)

- (1) Sind die allgemeinen Schutzmaßnahmen nach § 8 nicht ausreichend, um Gefährdungen durch Einatmen, Aufnahme über die Haut oder Verschlucken entgegenzuwirken, hat der Arbeitgeber zusätzlich diejenigen Maßnahmen nach den Absätzen 2 bis 7 zu ergreifen, die auf Grund der Gefährdungsbeurteilung nach § 6 erforderlich sind. Dies gilt insbesondere, wenn
  1. Arbeitsplatzgrenzwerte oder biologische Grenzwerte überschritten werden,
  2. bei hautresorptiven oder haut- oder augenschädigenden Gefahrstoffen eine Gefährdung durch Haut- oder Augenkontakt besteht oder
  3. bei Gefahrstoffen ohne Arbeitsplatzgrenzwert und ohne biologischen Grenzwert eine Gefährdung auf Grund der ihnen zugeordneten Gefahrenklasse nach § 3 und der inhalativen Exposition angenommen werden kann.
- (2) Der Arbeitgeber hat sicherzustellen, dass Gefahrstoffe in einem geschlossenen System hergestellt und verwendet werden, wenn
  1. die Substitution der Gefahrstoffe nach § 7 Absatz 3 durch solche Stoffe, Gemische, Erzeugnisse oder Verfahren, die bei ihrer Verwendung nicht oder weniger gefährlich für die Gesundheit und Sicherheit sind, technisch nicht möglich ist und
  2. eine erhöhte Gefährdung der Beschäftigten durch inhalative Exposition gegenüber diesen Gefahrstoffen besteht.
- (3) Bei Überschreitung eines Arbeitsplatzgrenzwerts muss der Arbeitgeber unverzüglich die Gefährdungsbeurteilung nach § 6 erneut durchführen und geeignete zusätzliche Schutzmaßnahmen ergreifen, um den Arbeitsplatzgrenzwert einzuhalten. Wird trotz Ausschöpfung aller technischen und organisatorischen Schutzmaßnahmen der Arbeitsplatzgrenzwert nicht eingehalten, hat der Arbeitgeber unverzüglich persönliche Schutzausrüstung bereitzustellen.
- (4) Besteht trotz Ausschöpfung aller technischen und organisatorischen Schutzmaßnahmen bei hautresorptiven, haut- oder augenschädigenden Gefahrstoffen eine Gefährdung durch Haut- oder Augenkontakt, hat der Arbeitgeber unverzüglich persönliche Schutzausrüstung bereitzustellen.
- (5) Der Arbeitgeber hat getrennte Aufbewahrungsmöglichkeiten für die Arbeits- oder Schutzkleidung einerseits und die Straßenkleidung andererseits zur Verfügung zu stellen. Der Arbeitgeber hat die durch Gefahrstoffe verunreinigte Arbeitskleidung zu reinigen.
- (6) Der Arbeitgeber hat geeignete Maßnahmen zu ergreifen, die gewährleisten, dass Arbeitsbereiche, in denen eine erhöhte Gefährdung der Beschäftigten besteht, nur den Beschäftigten zugänglich sind, die sie zur Ausübung ihrer Arbeit oder zur Durchführung bestimmter Aufgaben betreten müssen.
- (7) Wenn Tätigkeiten mit Gefahrstoffen von einer oder einem Beschäftigten allein ausgeübt werden, hat der Arbeitgeber zusätzliche Schutzmaßnahmen zu ergreifen oder eine angemessene Aufsicht zu gewährleisten. Dies kann auch durch den Einsatz technischer Mittel sichergestellt werden.

Tab. 47: Gefahrstoffverordnung – Auszüge aus § 9 Zusätzlichen Schutzmaßnahmen

§ 11 Besondere Schutzmaßnahmen gegen physikalisch-chemische Einwirkungen, insbesondere gegen Brand- und Explosionsgefährdungen (Auszug, nicht vollständig)

- (1) Der Arbeitgeber hat auf der Grundlage der Gefährdungsbeurteilung Maßnahmen zum Schutz der Beschäftigten und anderer Personen vor physikalisch-chemischen Einwirkungen zu ergreifen. Er hat die Maßnahmen so festzulegen, dass die Gefährdungen vermieden oder so weit wie möglich verringert werden. Dies gilt insbesondere bei Tätigkeiten einschließlich Lagerung, bei denen es zu Brand- und Explosionsgefährdungen kommen kann. Dabei hat der Arbeitgeber Anhang I Nummer 1 und 5 zu beachten.
- (2) Zur Vermeidung von Brand- und Explosionsgefährdungen hat der Arbeitgeber Maßnahmen nach folgender Rangfolge zu ergreifen:
  1. gefährliche Mengen oder Konzentrationen von Gefahrstoffen, die zu Brand- oder Explosionsgefährdungen führen können, sind zu vermeiden,
  2. Zündquellen oder Bedingungen, die Brände oder Explosionen auslösen können, sind zu vermeiden,
  3. schädliche Auswirkungen von Bränden oder Explosionen auf die Gesundheit und Sicherheit der Beschäftigten und anderer Personen sind so weit wie möglich zu verringern.
- (3) Arbeitsbereiche, Arbeitsplätze, Arbeitsmittel und deren Verbindungen untereinander müssen so konstruiert, errichtet, zusammengebaut, installiert, verwendet und instand gehalten werden, dass keine Brand- und Explosionsgefährdungen auftreten.

Tab. 48: Gefahrstoffverordnung – Auszüge aus § 11 Besondere Schutzmaßnahmen

#### 6.1 Allgemeine Hygienemaßnahmen

- (1) Von besonderer Bedeutung in Bezug auf Hautgefährdungen sind die folgenden allgemeinen Hygienemaßnahmen:
  1. Für die Beschäftigten müssen Waschgelegenheiten (möglichst mit temperaturregulierbarem Wasseranschluss) sowie geeignete und möglichst milde Hautreinigungsmittel sowie geeignete Mittel zum Abtrocknen der Hände zur Verfügung stehen.
  2. Mit Gefahrstoffen kontaminierte Haut muss sofort gereinigt werden. Es ist darauf zu achten, dass wässrige Lösungen, die hautgefährdende oder hautresorptive Stoffe oder Zubereitungen enthalten, nicht auf der Haut eintrocknen, sondern entfernt werden, da durch das Verdunsten des Wassers die Gefahrstoffkonzentration auf der Haut stark ansteigt. Eine Reinigung hat möglichst schonend zu erfolgen. Die Haut ist sorgfältig abzutrocknen.
  3. Die Häufigkeit der Hautreinigung ist auf das erforderliche Maß zu reduzieren sowie die Intensität der Reinigung und die Auswahl des Reinigungsmittels dem Grad der Verschmutzung anzupassen.
  4. Arm- oder Handschmuck (Ringe) dürfen bei der Arbeit nicht getragen werden, da unter dem Schmuck durch intensive Einwirkung von Feuchtigkeit oder Gefahrstoffen die Entstehung von krankhaften Hautveränderungen besonders begünstigt wird.
- (2) Hautpflegemittel werden zur Förderung der Regeneration der Haut eingesetzt. Ihre Anwendung ist nach Arbeitsende und nach Reinigung der Haut notwendig.
- (3) Weitere allgemeine Hygienemaßnahmen finden sich in Nummer 4 der TRGS 500 „Schutzmaßnahmen“.


Tab. 49: TRGS 401 – Artikel 6.1 Allgemeine Hygienemaßnahmen

Maßnahmen		Normale Brandgefährdung Grundpflichten nach ArbStättV, Betr-SichV und Bauordnungsrecht
Reduzierung der Brandgefährdung	Reduzierung oder Begrenzung der Menge brennbarer oder oxidierender Gefahrstoffe sowie Verhinderung der unkontrollierten Freisetzung	Keine zusätzlichen Maßnahmen. Dabei wird Folgendes vorausgesetzt: Regelmäßige Reinigung und unverzügliches Beseitigen von Ablagerungen und Produktaustritten
	Vermeidung der Brandentstehung	Keine zusätzlichen Maßnahmen. Dabei wird Folgendes vorausgesetzt: Regelmäßige Prüfungen, Verwendung von Produkten, welche nach den gesetzlichen Bestimmungen, z. B. gemäß Geräte- und Produktsicherheitsgesetz (GPSG) bzw. Verordnungen zum GPSG, in den Verkehr gebracht worden und für die vorgesehene Verwendung geeignet sind.
	Begrenzung der Brand- und Rauchausbreitung	Keine zusätzlichen Maßnahmen. Dabei wird die Grundausstattung mit Feuerlöschern vorausgesetzt.

Tab. 50: TRGS 800 – Beispiele für Maßnahmen bei normaler Brandgefährdung

Maßnahmen		Normale Brandgefährdung Grundpflichten nach ArbStättV, Betr-SichV und Bauordnungsrecht
Selbstrettung der Beschäftigten oder Anderer	Frühzeitiges Erkennen eines Brandes	Keine zusätzlichen Maßnahmen; (bei Sonderbauten gemäß Bauordnungen der Länder notwendig)
	Flucht vor einem Brand ermöglichen	Keine zusätzlichen Maßnahmen; Anforderungen gemäß Arb StättV und Bauordnungen der Länder. Fluchtwege müssen freigehalten werden. Vorausgesetzt wird geeignete Alarmierung (organisatorische Maßnahmen, Handsirenen etc).
Fremdrettung eingeschlossener und/oder verletzter Personen	Minimierung der Zahl der auf Fremdrettung angewiesenen Personen	Keine zusätzlichen Maßnahmen.
	Rettung gefährdeter Personen ermöglichen	Keine zusätzlichen Maßnahmen; durch Bauordnungsrecht geregelt, Konzept des zweiten Rettungsweges.
	Ausreichende Standfestigkeit der Tragkonstruktion	Keine zusätzlichen Maßnahmen. Mindest-Standfestigkeit durch Baurecht geregelt.


Tab. 50: Fortsetzung



Technische  
Universität  
Braunschweig

## Betriebsanweisung Extraktionsanlage

Arbeitsplatz :Praktikumsbereich





**ISBS**  
Institut für Straßenwesen  
TU Braunschweig

---

**Gefahren für Mensch und Umwelt**

- Vergiftungsgefahr durch Lösungsmitteldämpfe.
- Verletzungsgefahr durch Quetschungen am Verschluss.
- Möglicher Kontakt mit Bitumen und Bitumenlösungen.
- Verbrennungsgefahr an heißen Gegenständen.
- Schnittverletzungen am Innenrand der Zentrifugenhülse.

**Schutzmaßnahmen und Verhaltensregeln**





- Vor Arbeitsbeginn Arbeitsplatz auf Mängel kontrollieren.
- Die Benutzung der Maschinen ist nur durch eingewiesenes Personal erlaubt.
- Hautschutzmaßnahmen nach Hautschutzplan durchführen.
- Geeignete Handschuhe tragen („blaue“ Handschuhe).
- Schutzbrille und Laborkittel tragen.
- Gerät nur mit eingeschalteter Wasserkühlung betreiben.
- Offene Flammen bzw. Wärmequellen sind nicht zulässig.
- Die Zentrifugenhülse nur an zwei Seiten mit Daumen und Zeigefinger herausziehen oder Heber benutzen.
- Vor dem Schließen des Deckels müssen Dichtungen und Verschluss auf Verschmutzung kontrolliert und gegebenenfalls gereinigt werden.
- Deckel erst öffnen, wenn das Gerät vollständig zum Stillstand gekommen und die Extraktionskammer lösemittelfrei ist.
- Nach dem Abnehmen des Bitumens den Hahn sicher schließen.
- Wasserfilter regelmäßig reinigen..

**Verhalten bei Störungen**

- Bei Schäden an der Maschine: Ausschalten und Laborleitung informieren.
- Schäden nur vom Fachmann beseitigen lassen.

**Verhalten bei Unfällen/Erste Hilfe**



**Notruf  
0-112**

- Maschine abschalten.
- Ersthelfer und Laborleitung informieren.
- Bei Vergiftungen mit Methyloctanoat für Frischluft sorgen und Notarzt verständigen.
- Kleinere Verletzungen sofort versorgen.
- Erste Hilfe Leistungen ins Verbandbuch eintragen.

**Prüfung / Wartung / Instandhaltung**

- Maschine und umliegenden Arbeitsbereich reinigen.
- Reparaturarbeiten nur durch Firma Infratest.
- Instandhaltungs- und Wartungsarbeiten nur durch Fachpersonal.

Datum:  
Unterschrift des Vorgesetzten:

Stand: 03/2018  
OME-Extraktionsanlage ISBS

Bild 60: Beispiel für eine Betriebsanleitung für den Umgang mit einer Extraktionsanlage






 <p>Technische Universität Braunschweig</p>	<h2>Betriebsanweisung Octansäuremethylester</h2>	 <p><b>ISBS</b> Institut für Straßenwesen TU Braunschweig</p>
Arbeitsplatz : Praktikumsbereich (Halle)		
<b>Gefahren für Mensch und Umwelt</b>		
	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Hautreizungen (H315).</li> </ul>	
<b>Schutzmaßnahmen und Verhaltensregeln</b>		
	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Schutzhandschuhe tragen.</li> <li>• Schutzbrille, Laborkittel, lange Hose oder Rock, festes Schuhwerk tragen.</li> <li>• Octansäuremethylester nicht in die Umwelt gelangen lassen.</li> <li>• Behälter dicht geschlossen halten.</li> <li>• In gut verschlossenen Gebinden kühl und trocken lagern.</li> <li>• Zündquellen fernhalten, nicht rauchen.</li> <li>• Getrennt von Oxidationsmitteln aufbewahren.</li> <li>• Nur unter dem Abzug arbeiten.</li> <li>• Von Nahrungsmitteln, Getränken und Futtermitteln fernhalten.</li> <li>• Beschmutzte, getränkte Kleidung sofort ausziehen.</li> <li>• Bei hohen Konzentrationen geeigneten Atemschutz verwenden.</li> </ul>	
<b>Verhalten bei Störungen</b>		
<ul style="list-style-type: none"> <li>• Bei unbeabsichtigter Freisetzung für ausreichende Lüftung sorgen.</li> <li>• Bei unbeabsichtigter Freisetzung Atemschutzmaske tragen.</li> <li>•</li> </ul>		
<b>Verhalten bei Unfällen/Erste Hilfe</b>		
	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Ersthelfer und Laborleitung informieren.</li> <li>• Nach Einatmen: Frischluftzufuhr, gegebenenfalls Atemspende, Wärme. Bei anhaltenden Beschwerden: Arzt aufsuchen. Bei Hautkontakt: Sofort mit Wasser und Seife abwaschen und gut nachspülen.</li> <li>• Bei Augenkontakt: geöffnete Augen mehrere Minuten mit der Augendusche spülen. Arzt aufsuchen. Vorhandene Kontaktlinsen entfernen. In jedem Fall ist eine augenärztliche Behandlung nötig.</li> <li>• Bei Hautkontakt sofort gründlich mit viel Wasser und Seife reinigen. Verschmutzte Kleidung ausziehen. Ärztlichen Rat einholen.</li> <li>• Nach Verschlucken sofort kräftig den Mund ausspülen, Wasser in kleinen Schlucken trinken lassen. Immer ärztlichen Rat einholen.</li> <li>• Erste Hilfe Leistungen ins Verbandbuch eintragen.</li> </ul>	
<p><b>Notruf 0-112</b></p>		
<b>Sachgerechte Entsorgung</b>		
<ul style="list-style-type: none"> <li>• Octansäuremethylesterabfälle werden von der TU-Verwaltung separat entsorgt.</li> <li>• Verunreinigte Putzlappen und Nitrilhandschuhe müssen unter dem Abzug im Abfalleimer ausdampfen und im Hausmüll entsorgt werden.</li> </ul>		
<p>Datum: Unterschrift des Vorgesetzten:</p>	<p>Stand: 03/2018 Octansäuremethylester ISBS</p>	

Bild 61: Beispiel für eine Betriebsanleitung für den Umgang mit OME


<b>Hinweise</b>	
<b>für den Umgang mit OME bei der Bindemittelextraktion aus Asphaltmischgut</b>	
<b>Octansäuremethylester (OME) ist ein Gefahrstoff!</b> <b>Gefahrenhinweise:</b> H315, Verursacht Hautreizungen <b>Sicherheitshinweise - Prävention</b> P280 Schutzhandschuhe/Augenschutz tragen. <b>Sicherheitshinweise - Reaktion</b> P302+P352 Bei Berührung mit der Haut: Mit viel Wasser und Seife waschen. P332+P313 Bei Hautreizung: Ärztlichen Rat einholen/ärztliche Hilfe hinzuziehen.	
<b>Technische Maßnahmen</b>	
<ul style="list-style-type: none"> <li>• Die Extraktionsanlage muss unter einem Abzug bzw. einer Absaugung platziert werden.</li> <li>• Die Extraktionsanlage muss als geschlossenes System ausgeführt sein.</li> <li>• Der Transport von OME erfolgt nur in geschlossenen Behältern.</li> <li>• Alle Arbeiten mit OME erfolgen unter einem Abzug bzw. unter einer Absaugung. Hinweis: OME-Dämpfe sind schwerer als Luft.</li> <li>• Die Lagerung von OME erfolgt in geschlossenen Behältern.</li> </ul>	
<b>Organisatorische Maßnahmen</b>	
<ul style="list-style-type: none"> <li>• Alle Beschäftigte müssen Kenntnis über den Gefahrstoff und Zugang zu den Sicherheitsdatenblättern haben.</li> <li>• Betriebsanweisungen für den Betrieb der Extraktionsanlage und für den Umgang mit OME müssen aushängen.</li> <li>• Eine Arbeitsmedizinisch-toxikologische Beratung ist nach aktuellem Kenntnisstand nicht notwendig.</li> </ul>	
<b>Personenbezogene Maßnahmen</b>	
<ul style="list-style-type: none"> <li>• Handschutz: Einmal-Handschuhe, aus z. B. Nitrilkauschuk sind ausreichend.</li> <li>• Augenschutz: Schutzbrille mit Seitensichtschutz gemäß EN 166.</li> <li>• Atemschutz: Aufgrund der Schutzmaßnahmen nicht erforderlich; im Havariefall gemäß Sicherheitsdatenblatt.</li> <li>• Körperschutz: Schutzkleidung wie z. B. Kittel oder Schürzen; Schutzanzüge sind nicht erforderlich.</li> <li>• Fußschutz: Allgemein wird ein Fußschutz empfohlen; zumindest geschlossenes Schuhwerk ist erforderlich.</li> </ul>	

Bild 62: Hinweise für den Umgang mit OME

## 5 Änderungen im Technischen Regelwerk

Für eine Verwendung von OME als Lösemittel bei der Bindemittelextraktion aus Asphaltmischgut sind Anpassungen bzw. Änderungen im Technischen Regelwerk erforderlich. Veränderungsvorschläge sind im Folgenden unterstrichen angegeben, nicht mehr benötigte Passagen sind mittels ( – ) gekennzeichnet, verbleibende Passagen mittels (...).

### 5.1 TP Asphalt-StB, Teil 1, Bindemittelgehalt

Die Veränderungen in den TP Asphalt-StB, Teil 1 (FGSV, 2013) betreffen im Wesentlichen Ersetzungen der Bezeichnungen und kaum inhaltliche Änderungen. Die folgenden Kapitel sind betroffen:

- **2 Beschreibung des Verfahrens und Messprinzip**

Die Prüfvorschrift beschreibt die Heiß- und Kaltextraktion des Bitumens sowie die Extraktion des Bitumens in Automaten mit Octansäuremethylester oder Toluol als Lösemittel. Darüber hinaus ist die Wiedergewinnung der Gesteinskörnungen be-

schrieben. Die lösliche Bindemittelmenge wird im Regelfall aus der Differenz der eingewogenen Asphaltprobe und der Auswaage der Gesteinskörnungen ermittelt (Differenzverfahren). Alternativ kann die Bindemittelmenge auch nach einer vollständigen Rückgewinnung nach den TP Asphalt-StB, Teil 3 ermittelt werden (Rückgewinnungsverfahren).

(...)

- **3 Geräte und Prüfmittel**

(...)

Bei den nachfolgend beschriebenen Verfahren werden Lösemittel eingesetzt. Beim Umgang mit den Lösemitteln sind Schutzmaßnahmen unerlässlich, ebenso die Überwachung der Tätigkeiten und die Einweisung der Laboranten. In dieser Prüfvorschrift werden Untersuchungsverfahren unter Verwendung von Octansäuremethylester und Toluol behandelt. Die Lösemittel sind in unterschiedlichem Ausmaß als gefährdend und gesundheits- und umweltschädlich anzusehen.

Folgende Verordnungen, Vorschriften und Richtlinien sind unter anderem zu beachten:

- BGR 120 „Laboratorien“, Richtlinien der BG Chemie,
- Verordnung über gefährliche Stoffe (Gefahrstoffverordnung GefStoffV),
- Technische Regeln für Gefahrstoffe-TRGS 900,
- Unfallverhütungs-Vorschriften Abschnitt 1: Allgemeine Vorschriften (VBG 1),
  - Berufsgenossenschaftliche Richtlinien, Sicherheitsregeln und Merkblätter für Toluol: DIN 51633 – C7H8.

( – )

Bei Verwendung von Octansäuremethylester als Lösemittel zur Ermittlung des löslichen Bindemittelgehaltes dürfen nur geschlossene Systeme eingesetzt werden.

( – )

Octansäuremethylester ist in geschlossenen Gebinden aufzubewahren und vor UV-Strahlung zu schützen.

Toluol ist leicht entzündlich und gesundheitsschädlich. Bei seiner Verwendung sind zusätzlich Brand- und Explosionsschutz-Maßnahmen zu beachten.

- **4 Proben**

(...)

Bei der Extraktion von Asphalt mit viskositätsverändertem Bindemittel oder viskositätsverändernden organischen Zusätzen ist Octansäuremethylester als Lösemittel zu verwenden.

(...)

- **5.3 Automatische Extraktion in einer geschlossenen Anlage mit Octansäuremethylester oder Toluol als Lösemittel**

- **5.4 Automatische Extraktion in einer Anlage mit Siebturm mit ( – ) Toluol als Lösemittel**

- **6.2 Unlösliches Bindemittel**

Bei der Extraktion des Bindemittels aus Asphalt setzt sich der Bindemittelgehalt B aus dem löslichen Bindemittelgehalt Bs und einem unlöslichen Bindemittelanteil zusammen. Der unlösliche Bindemittelanteil  $B_{unl}$  kann näherungsweise nach der folgenden Formel berechnet werden:

$$B_{unl} = 0,014 \times F + 0,1 \text{ [M.-%]}$$

mit

F = Feinanteil < 0,063 mm im Gesteinskörnungsgemisch.

Der unlösliche Anteil muss noch bestimmt werden und wird zunächst unverändert übernommen.

- **8 Präzision des Verfahrens**

Solange keine Angaben zur Präzision des Verfahrens beim Einsatz von Octansäuremethylester als Lösemittel ermittelt sind, gelten die bisher genutzten Angaben für den Einsatz von Trichlorethylen als Lösemittel.

Die Angaben zur Verfahrenspräzision für den Bindemittelgehalt wurden auf Grundlage der Forschungsarbeit FE 07.221/2007/ ARB „Ermittlung der Verfahrenspräzision Europäischer Asphaltprüfnormen der Serie 12697“ ... ermittelt und sind in der Tabelle 1 zusammengestellt.

(...)

## 5.2 TP Asphalt-StB, Teil 2, Korngrößenverteilung

Es sind keine Änderungen der TP Asphalt-StB, Teil 2 (FGSV, 2013b) notwendig.

## 5.3 TP Asphalt-StB, Teil 3, Rückgewinnung des Bindemittels

Die Veränderungen in den TP Asphalt-StB, Teil 3 (FGSV, 2007) betreffen im Wesentlichen Ersetzungen der Bezeichnungen und einige, wenige inhaltliche Änderungen. Die folgenden Kapitel sind betroffen:

- **2 Beschreibung des Verfahrens und Messprinzip**

Das Straßenbaubitumen bzw. Polymermodifizierte Bitumen wird gemäß den TP Asphalt-StB, Teil 1 mit Octansäuremethylester oder Toluol aus der Asphaltprobe gelöst. Aus der füllerefreien Bindemittellösung wird das Bindemittel durch eine Vakuumdestillation mithilfe eines Rotationsverdampfers zurückgewonnen.

- **3 Geräte und Prüfmittel**

- Präzisionswaage mit einer Ablesegenauigkeit von  $\pm 0,1$  g.
- Octansäuremethylester oder Toluol,
- Rohvaseline oder Glycerin, zum Abdichten der Schlißverbindungen,

(...)

- Ausstattungsmerkmale des Destillationsgerätes:

- Antriebsmotor mit Drehzahlregelung, sodass der Destillierkolben mit  $(75 \pm 15)$  U/min rotiert,
- Vakuumanlage für den Druck  $P_2$ ,
- Druckfester Destillierkolben mit einem Fassungsvermögen von 1 Liter aus hitzebeständigem Glas mit Schlißverbindung,
- Ölbad für den 1-l-Destillierkolben, ausgestattet mit einer Heizeinrichtung, für Öltemperaturen bis 195 °C,



- Destillierkolben und Ölbad müssen so beschaffen sein, dass sich die Oberfläche der Bindemittelprobe im Kolben unterhalb des Flüssigkeitsspiegels des Ölbadetes befindet.

(...)

- Bei geschlossenem Einlasshahn ist der Druck in der Apparatur auf  $(5 \pm 2)$  hPa zu verringern. Die Apparatur ist vom Vakuumsystem abzutrennen, und es ist zu kontrollieren, ob der Druck in der Apparatur für mindestens zwei Minuten innerhalb der oben angegebenen Grenzen bleibt.

## • 5 Durchführung

(...)

Der Druck in der Apparatur ist auf  $(P_1 \pm 50)$  hPa gemäß der Tabelle 1 zu verringern.

Die Temperatur des Ölbadetes ist auf  $(T_1 \pm 5)$  °C gemäß der Tabelle 1 zu erhöhen.

Der Einlasshahn ist zu öffnen, sodass das Bindemittel-Lösemittel-Gemisch vom Glasbehälter in den Destillierkolben angesaugt wird. Die Zuflussrate des Gemisches in den Kolben ist mithilfe des Einlasshahnes so zu regeln, dass sie annähernd gleich der Abflussrate ist, mit der das Destillat in die Vorlage fließt.

Das Volumen des Bindemittel-Lösemittel-Gemisches im Destillierkolben darf 400 ml nicht überschreiten.

Falls eine Einengung erforderlich ist, so ist der Druck auf etwa 20 hPa bei Einsatz von Octansäuremethylester bzw. auf 200 hPa bei Einsatz von Toluol zu verringern und so lange zu destillieren, bis keine wesentlichen Lösemittelmengen mehr überdestillieren.

Anschließend wird der Druck allmählich während einer Dauer von  $(5 \pm 0,5)$  min auf  $(P_2 \pm 5)$  hPa verringert. Danach wird die Temperatur des Ölbadetes auf

$(T_2 \pm 5)$  °C erhöht.  $T_2$  und  $P_2$  sind der Tabelle 1 zu entnehmen.

Die Destillation ist fortzusetzen, bis kein Lösemittel mehr überdestilliert. Dann sind die festgelegten Temperatur- und Druckbedingungen ( $T_2$  und  $P_2$ ) weitere 33 Minuten bei Einsatz von Octansäuremethylester bzw. 10 Minuten bei Einsatz von Toluol beizubehalten.

Die folgende Anmerkung muss noch überprüft werden oder wird ersatzlos gestrichen.

Anmerkung: Bei einigen harten Bitumen nach der DIN EN 13924 kann nach 10 Minuten noch Lösemittel überdestillieren. In diesem Fall ist der Druck bei  $(P_2 \pm 5)$  hPa zu halten und die Temperatur auf  $(210 \pm 5)$  °C zu erhöhen. Diese Temperatur ist so lange zu halten, bis das Überdestillieren beendet ist. Bei der Angabe der Prüfergebnisse für Bitumen, das bei dieser höheren Temperatur zurückgewonnen wurde, ist die für den Temperaturanstieg auf  $(210 \pm 5)$  °C benötigte Zeit sowie die Gesamtzeit anzugeben, über die der Destillierkolben auf diese Temperatur gehalten wurde.

Anmerkung: Unter besonderen Umständen kann es notwendig sein, lediglich den Bindemittelgehalt zu bestimmen ohne die Eigenschaften des rückgewonnenen Bindemittels zu bewerten. In diesem Fall ist eine beschleunigte Destillation möglich. Dazu wird in der zweiten Phase die Temperatur  $T_2$  auf 180 °C gesenkt und die Dauer auf 11 Minuten beschränkt. Diese Destillationsbedingungen sind bei der Angabe der Prüfergebnisse anzugeben.

## • 6 Angaben im Prüfbericht

Im Prüfbericht sind in Verbindung mit den TP Asphalt-StB, Teil 0 und unter Hinweis auf den Teil 3 mindestens anzugeben:

Im Prüfbericht sind in Verbindung mit den TP Asphalt-StB, Teil 0 und unter Hinweis auf den Teil 3 mindestens anzugeben:

Art des Lösemittels	Siedepunkt [°C]	Erste Phase		Zweite Phase	
		Temperatur $T_1$ [°C]	Druck $P_1$ [hPa]	Temperatur $T_2$ [°C]	Druck $P_2$ [hPa]
Octansäuremethylester	193	110	20	190	5
Toluol	110,6	110	400	160	20

Tab. 1: Destillationsbedingungen bei zwei Prüfphasen in Abhängigkeit von der Art des Lösemittels

- verwendetes Lösemittel,
- Destillationsbedingungen  $T_1$ ,  $P_1$ ,  $T_2$  und  $P_2$ ,
- gegebenenfalls die Dauer des Temperaturanstieges auf  $T = 210\text{ °C}$  und die Destillationsdauer bei  $T = 210\text{ °C}$  bei harten Bitumen nach der DIN EN 13924.

## 5.4 ZTV Asphalt-StB 07/13

Mögliche Änderungen der ZTV Asphalt-StB 07/13 (FGSV, 2013c) betreffen Kapitel 4.

- **4 Grenzwerte und Toleranzen**
- **4.1 Asphaltmischgut**

Hier sind die Passagen für den Erweichungspunkt Ring und Kugel bzgl. des Gussasphalts mit viskositätsveränderten Bindemitteln oder viskositätsverändernden Zusätzen zu überprüfen.

Weiterhin könnte nach aktuellem Stand der Hinweis unterhalb der Tabelle 16

\*) bezogen auf den Wert des Eignungsnachweises  $\pm 8\text{ °C}$

wie folgt verändert werden:

\*) bezogen auf den Wert des Eignungsnachweises  $- 12\text{ °C}$  oder  $+ 8\text{ °C}$

In Tabelle 17 könnte für PA 8 die Toleranz für den Bindemittelgehalt (Rückgewinnungsverfahren) von  $\pm 0,4\text{ M.-%}$  auf  $- 0,6\text{ M.-%}$  und  $+ 0,2\text{ M.-%}$  verändert werden.

Weitere Änderungen sind nicht notwendig.

## 6 Zusammenfassung

In Deutschland wird für die Bindemittelextraktion aus Asphaltmischgut seit Jahrzehnten Trichlorethylen (Tri) als Standardlösemittel angewandt.

Da Trichlorethylen 2013 rechtswirksam in die Autorisierungsliste der besonders besorgniserregende Stoffe der Europäischen Chemikalienverordnung REACH aufgenommen wurde, bestand akuter Handlungsbedarf darin ein Substitut zu finden und Möglichkeiten zu ermitteln, über einen begrenzten Zeitraum weiterhin mit Trichlorethylen zu arbeiten.

Dazu stellten die Dow Chemical Company (DOW) und die Safechem Europe GmbH (Tochter der DOW) bei der Europäischen Chemikalienagentur (EChA) einen Antrag auf Zulassung von Tri als Extraktionslösemittel für Bitumen in der Asphalt-Analyse, welcher bestätigt und bis zum Jahr 2023 befristet wurde.

Als alternatives Lösemittel wurde über ein Projekt des Deutschen Asphaltinstitutes (DAI) e. V. durch WEINGART & KRÜGER (2012) das Pflanzenöles-ter Octansäuremethylester (OME) als potenziell geeignetes Lösemittel ermittelt. In einem folgenden Projekt des BMVI entwickelten ALISOV & WISTUBA (2015) ein Verfahren an einer automatischen Extraktionsanlage, welches mit dem Lösemittel OME zielsicher Asphaltmischgut bzgl. der Korngrößenverteilung und des Bindemittelgehaltes analysieren kann.

Auf Basis der von ALISOV & WISTUBA (2015) entwickelten Grundlagen wird in dem hier vorliegenden Forschungsprojekt das Vorgehen weiterentwickelt und untersucht, ob das Lösemittel Octansäuremethylester (OME) im Rahmen von Kontrollprüfungen und Werkseigenen Produktionskontrollen mit vertretbarem Aufwand und ohne Gefährdung der Anwender eingesetzt werden kann.

Folgende Fragen werden beantwortet:

- Nach der Destillationsprozedur verbleibt nachweislich ein geringer Rest OME im Bitumen. Ist es möglich diesen Rest zu eliminieren bzw. zu minimieren?
- Die Extraktionsprozedur beträgt ca. 167 Minuten bei Kaltstart bzw. 150 Minuten in warmen Zustand der Extraktionsanlage. Kann die Extraktionsdauer minimiert werden?
- Das Lösemittel OME ist nach wenigen Extraktionsvorgängen stabil, ohne nachweisbare chemische Veränderungen. Trifft dies auch nach einer größeren Anzahl von Extraktionsvorgängen zu?
- Sind Maßnahmen zur Arbeitssicherheit bzgl. des Lösemittels OME zu treffen?
- In welcher Weise ist das Technische Regelwerk bei Einsatz des Lösemittels OME zu ergänzen bzw. zu verändern?

Zur Optimierung der Destillationsprozedur, mit dem Ziel eines minimalen verbleibenden Anteils OME im Bitumen, wird mit einem Straßenbaubitumen 50/70

jeweils ein Bitumen/Lösemittelgemisch hergestellt und die Destillationsbedingungen variiert. Die Wirksamkeit folgender Einflussgrößen wird überprüft:

- Verlängerung der Destillationsdauer in der zweiten Destillationsstufe,
- Erhöhung der Ölbadtemperatur in der zweiten Destillationsstufe,
- Erwärmung des Überführungsrohres,
- Auffangen des Kondensationsrücklaufs aus dem Überführungsrohr in der zweiten Destillationsstufe,
- Reduzierung der Probemenge,
- Reduzierung der Kolbengröße und
- Variation der Eintauchtiefe des rotierenden Kolbens.

Die Wirksamkeit wird zunächst mittels Erweichungspunkt Ring und Kugel sowie mittels Bitumen-Typisierung-Schnell-Verfahren (BTSV) überprüft. Erfolgsversprechende Varianten werden mittels Gaschromatografie mit Massenspektrometrie-Kopplung (GCMS) quantitativ bewertet. Abschließend werden zielführende Veränderungen kombiniert.

Als wirksam erweist sich die Erhöhung der Ölbadtemperatur sowie die Verlängerung der Destillationsdauer, jeweils in der zweiten Destillationsstufe. Alle weiteren Varianten sind nicht bzw. kaum zielführend. Die Destillationsprozedur kann soweit optimiert werden, dass per GCMS keine Spuren von OME im verbleibenden Bitumen nachweisbar sind. Die resultierenden Destillationsbedingungen sind in Tabelle 51 den Destillationsbedingungen mit Trichlorethylen (Tri) und dem bisherigen Verfahren mit OME gegenübergestellt.

Mit den optimierten Destillationsbedingungen werden die Bitumensorten 30/45, 25/55-55 A und 40/100-65 A anhand konventioneller (Erweichungspunkt Ring und Kugel, Nadelpenetration, Elastische Rückstellung) und rheologischer Prüfverfahren (Bitumen-Typisierung-Schnell-Verfahren, Dynamic Shear Rheometer: T-Sweep und MSCR-Test, Biegebalkenrheometer, Kraftduktivität) überprüft. Für die Straßenbaubitumen werden Ergebnisse erzielt, die vergleichbar sind mit denen nach einer Destillation mit Trichlorethylen. Die polymermodifizierten Bitumen weisen zu den mit Trichlorethylen destillierten Bitumen nachweisbare Abweichungen der Ergebnisse im hohen Temperaturbereich auf. Es wird mit einfachen Methoden gezeigt, dass OME einige Polymere verändert (Trichlorethylen verändert ebenfalls Polymere) und damit deren rheologische Eigenschaften beeinflusst. Weitere überprüfte Additive werden nicht verändert. Somit müssen insbesondere bei höher modifizierten Bitumen veränderte rheologische Eigenschaften berücksichtigt werden.

Für die Optimierung zur Erzielung einer minimalen Extraktionsdauer wird ein im Labor hergestelltes Asphalt-Mischgut der Sorte AC 11 D S mit Straßenbaubitumen 50/70 eingesetzt.

Für die Extraktion an dem eingesetzten, automatischen Asphaltanalysator muss zunächst festgehalten werden, dass keine feste Dauer der Extraktion angegeben werden kann. Die Anlage enthält interne Sensoren, welche die nächsten Programmschritte freigeben. So wird z. B. so lange gewartet, bis aus der Waschkammer kein Bitumen/Füller/Lösemittelgemisch mehr abfließt. Die aufgetretenen Schwankungen in der Dauer können aufgrund dieser Sensoren im Einzelfall bis zu 40 Minuten betragen.

Destillationsphasen		Tri	OME bisher	OME jetzt
1. Phase	Temperatur	90 °C	110 °C	110 °C
	Druck	400 hPa	20 hPa	20 hPa
	Dauer	~ 50 min	~ 25 min	~ 25 min
2. Phase	Temperatur	160 °C	160 °C	190 °C
	Druck	20 hPa	5 hPa	5 hPa
	Dauer	10 min	11 min	33 min
Dauer gesamt		~ 60 min	~ 36 min	~ 58 min

Tab. 51: Ablauf der Destillation eines Bitumen/Lösemittelgemisches für das Lösemittel Trichlorethylen (Tri) sowie Octansäuremethylester (OME) nach bisherigem und nach optimiertem Verfahren

Weiterhin umfassen die Programmschritte eine Vorbereitungsphase, in welcher der Destillationsturm aufgeheizt wird. Dieser Vorgang dauert bis zu 20 Minuten und könnte durch einen automatisch startenden, vorgeschalteten Nulldurchlauf auf ca. 3 Minuten verkürzt werden. Eine Extraktion dauert nach Kaltstart bisher ca. 167 Minuten, nach Warmstart ca. 150 Minuten.

Die Optimierung bzgl. der Extraktionsdauer beinhaltet die Punkte:

- Vorwärmen des Mischguts,
- Trocknung außerhalb der Waschkammer,
- Verkürzung der Trocknungszeit,
- erhöhte Waschtemperatur und
- Anlösen der Bindemittelphase vor der Extraktion.

Die Auswirkungen dieser Einflussgrößen werden mittels Korngrößenverteilung und Bindemittelgehalt (Differenz- und Rückgewinnungsverfahren) überprüft.

Ein Vorwärmen des Mischguts auf 80 °C oder entsprechend warm angeliefertes Material liefert keinen Zeitvorteil. Wesentlicher Faktor ist die Reduzierung der Anzahl der Waschgänge, dessen Ergebnisse (Korngrößenverteilung, Bindemittelgehalt) nicht auf eine Vorwärmung des Asphalt-Mischguts abhängig sind. Die Trocknung außerhalb der Waschkammer ist bei einer Einzelprobe von Vorteil. So kann schnell der Bindemittelgehalt über das Differenzverfahren und die Korngrößenverteilung bestimmt werden. Da in der Trocknungsphase innerhalb des Automaten gleichzeitig das Bitumen/Lösemittelgemisches destilliert (eingengt) wird, bleibt bei verkürzter Trocknungsphase eine große Menge dieses Gemisches zurück. Das Gemisch muss entweder innerhalb des Automaten oder außerhalb weiter destilliert werden, der komplette Extraktionsvorgang benötigt also noch weitere Zeit. Diese Bedingung betrifft auch die Verkürzung der Trocknungszeit, welche prinzipiell möglich ist, jedoch ggf. eine größere Menge Bitumen/Lösemittelgemisch zurück lässt. Die Erhöhung der Waschtemperatur lässt eine Verkürzung der Extraktionsdauer zu. Dagegen bringt das vorherige Anlösen der Bindemittelphase keinen Erfolg. Aufgrund der gelösten Bitumen/Füllerphase, läuft dieses Gemisch teilweise so langsam aus der Waschkammer, dass die internen

Vorgehen/ Parameter	Extraktion	
	bisher	optimiert
Probenvorbereitung	-	-
Waschtemperatur	80 °C	100 °C
Anzahl und Dauer der Waschdurchgänge	5 à 10 Minuten	5 à 5 Minuten
Dauer der Trocknungsphase	60 Minuten	50 Minuten
Dauer der Extraktion	150	115

Tab. 52: Wesentliche Parameter für die bisherigen und das optimierte Extraktionsprogramm (für AC 11 D S)

Sensoren keine Freigabe erteilen und effektiv mehr Zeit als zuvor benötigt wird.

Eine Kombination der überprüften Einflussgrößen führte schließlich zu dem in Tabelle 52 aufgeführten Vorgehen.

Nach dem Differenzverfahren werden vielfach höhere Bindemittelgehalte, als nach dem Rückgewinnungsverfahren ermittelt. Ursächlich ist ein fehlender Fülleranteil von ein bis zwei Gramm. Dieser verbleibt im hinteren Teil der Waschkammer sowie im Schlauch zur Zentrifuge und wird erst mit dem nächsten Extraktionsvorgang wieder ausgespült. Hier wird empfohlen, den Analysator soweit baulich zu verändern, dass diese Reste vermieden werden.

Die in Tabelle 52 genannten Extraktionsbedingungen ergeben für die Asphaltarten AC 32 T S, AC 16 B S, SMA 8 S und PA 8, dass die Trocknungszeit in Abhängigkeit von der Probenmenge variiert werden muss bzw. kann. Da für AC 32 T S die größte Probenmenge eingesetzt wird, muss die Trocknungszeit auf 60 Minuten erhöht werden. Für AC 16 B S kann diese bis auf 40 Minuten reduziert werden. Die Asphaltarten SMA 8 S und PA 8 lassen sich auf bis zu 20 Minuten Trocknungszeit reduzieren. Entscheidend ist dabei, dass zum einen das Gesteinskörnungsgemisch trocken entnommen werden kann und zum anderen, dass das Bitumen/Lösemittelgemisch auf eine laborökonomisch zu verarbeitende Menge (300 – 500 ml) destilliert (eingengt) wird. Die eigentlichen Waschvorgänge sind davon nicht betroffen. Für PA 8 muss, wie schon bei der Destillation angesprochen, die Reaktion mit den Polymeren berücksichtigt werden. Trotz der auf 80 °C abgesenkten Waschtemperatur werden resultierend rund 0,2 M.-% weniger Bindemittel zurückgewonnen. Für den untersuchten MA 11 S kann mit den hier überprüften Maßnahmen keine Verkürzung der Extraktionsdauer gefunden werden. Die

konstruktiven Veränderungen des Extraktionsautomaten bedingen ein neues Vorgehen zur Extraktion von Gussasphalt.

Zur Überprüfung der chemischen Stabilität während der Extraktion liegen GCMS-Untersuchungen zu entnommenen Lösemittelproben vor. Auch nach 130 Extraktionsvorgängen sind keine wesentlichen Änderungen in der Zusammensetzung festzustellen.

Änderungen im Regelwerk betreffen wesentlich die TP Asphalt-StB, Teil 3, Rückgewinnung des Bindemittels – Rotationsverdampfer. Hier wäre das oben angesprochene Vorgehen zur Destillation zu ergänzen. Im Rahmen von Kontrollprüfungen wären innerhalb der ZTV Asphalt-StB 07/13 die Grenzwert zum Erweichungspunkt Ring und Kugel in Sonderfällen (40/100-65 A oder Gussasphalte mit viskositätsverändernden Zusätzen) anzupassen.

Bezüglich der Arbeitssicherheit liegen einfache Gefährdungsanalysen vor. Diese weisen OME als Gefahrstoff aus, wenn auch mit einem niedrigen Gefährdungspotenzial. Die Analyse ergibt, dass ähnliche Schutzmaßnahmen, wie auch beim Umgang mit Trichlorethylen, eingehalten werden müssen. Ein wesentlicher Punkt stellt dabei die Geruchsbelästigung dar. Neben der persönlichen Schutzausrüstung sollten Arbeiten mit OME generell unter einer Absaugung stattfinden und ein Transport/Lagerung nur in geschlossenen Systemen erfolgen. Hinweise sind Bild 62 zu entnehmen.

Zusammenfassend ist festzuhalten, dass mit Octansäuremethylester als Lösemittel Asphaltmischgut bzgl. Korngrößenverteilung und Bindemittelgehalt schneller als bisher analysiert und OME rückstandsfrei aus dem Bitumen destilliert werden kann. Die Arbeiten erfolgen mit vertretbarem Aufwand, wobei die Extraktionsdauern nicht an die Zeiten einer Extraktion mit Trichlorethylen heranreichen und daher in der Praxis mit unpraktikabel langen Extraktionszeiten (mindestens Verdoppelung) zu rechnen ist. Eine Gefährdung der Anwender kann unter Beachtung der Arbeitssicherheit nach bisherigem Stand des Wissens ausgeschlossen werden.

#### Anregungen und offene Problemstellungen

- Da OME eine geringere Dichte als Trichlorethylen aufweist, wird der Füller aus der Waschkammer nicht optimal in die Zentrifugenhülse ge-

spült. Dies könnte bei herkömmlichen Anlagen durch eine stärkere Neigung der Waschkammer und eines stärkeren Gefälles des Ablaufschlauches verbessert werden.

- Generell empfiehlt es sich, alle Schläuche, in denen Bitumen/Füller/Lösemittel-gemische oder Bitumen/Lösemittelgemische transportiert werden zur Verbesserung des Durchlaufs im Durchmesser zu vergrößern.
- Nach ersten Hinweisen verändert OME einige Polymere stärker, als Trichlorethylen. Dieses Phänomen ist weitergehend zu analysieren und bezüglich einer möglichst vollständigen Extraktion/Destillation von OME ohne Veränderungen der Polymere gezielt zu verbessern. Hiervon sind insbesondere offenporige Asphalte betroffen.
- Die Extraktion von Gussasphalt dauert aktuell zu lange. Hier ist nach Möglichkeiten einer weitergehende Reduzierung der Extraktionsdauer zu suchen.
- Formell muss der unlösliche Anteil im Gesteinskörnungsgemisch anhand umfangreicher Analysen mehrerer Asphaltarten/-sorten neu bestimmt werden.
- Formell muss die Präzision des Verfahrens gemäß TP Asphalt-StB, Teil 3 bzw. Teil 1 mittels Ringversuch neu bestimmt werden.

#### Literatur

- ALISOV, A. & WISTUBA, M. (2015): Bitumenextraktion aus Asphalt mit dem nachwachsenden Rohstoff Kokosester (Octansäuremethylester). Schlussbericht im Auftrag des Bundesministeriums für Verkehr und digitale Infrastruktur FE 07.0272/2013/ARB, Institut für Straßenwesen, Technische Universität Braunschweig
- BORN, M.; CARL, C. & SCHNEIDER, G. (2017): Fachkunde Gefahrstoffe, ecomed-storck GmbH, Landsberg
- DFG Deutsche Forschungsgemeinschaft (1996): Senatskommission zur Prüfung gesundheitsschädlicher Arbeitsstoffe, MAK- und BAT-Werte-Liste, Mitteilung 32, Weinheim
- EISENHART, C. (1951): Assumptions underlying the Analyses of Variance. *Biometrics* 3

- FGSV (2013): Technische Prüfvorschriften für Asphalt, TP Asphalt-StB, Teil 1: Bindemittelgehalt. FGSV-Verlag, Köln
- FGSV (2013b): Technische Prüfvorschriften für Asphalt, TP Asphalt-StB, Teil 2: Korngrößenverteilung. FGSV-Verlag, Köln
- FGSV (2007): Technische Prüfvorschriften für Asphalt, TP Asphalt-StB, Teil 3: Rückgewinnung des Bindemittels – Rotationsverdampfer. FGSV-Verlag, Köln
- FGSV (2013c): Zusätzliche Technische Vertragsbedingungen und Richtlinien für den Bau von Verkehrsflächenbefestigungen aus Asphalt, ZTV Asphalt-StB 07/13, FGSV-Verlag, Köln
- GefStoffV (2017): Verordnung zum Schutz vor Gefahrstoffen (Gefahrstoffverordnung – GefStoffV), Bundesministerium für Arbeit und Soziales, Berlin
- HEGER, M. (2003): Sicherheitsdatenblatt – Toxikologische Daten und Gefährdungsbeurteilung nach TRGS 440. Informationsveranstaltung „Sicherheitsdatenblatt – Instrument des Arbeitsschutzes“, 05.06.2003, Dortmund
- IFA (2018): GESTIS-Stoffdatenbank: Methylcyclohexanoat, Institut für Arbeitsschutz der Deutschen Gesetzlichen Unfallversicherung, www.dguv.de, Stand 09/2018
- MERCK KGaA (2017): Sicherheitsdatenblatt gemäß Verordnung (EG) Nr. 1907/2006, Methylcyclohexanoat
- RAHIMIAN, I. & ZENKE, G. (1986): Zum Verhalten organischer Lösemittel gegenüber Bitumen. Bitumen, Heft 1, Arbeitsgemeinschaft der Bitumen-Industrie e. V., Hamburg
- ROTH GmbH (2016): Sicherheitsdatenblatt gemäß Verordnung (EG) Nr. 1907/2006, Caprylsäuremethylester
- SACHS, L. (1984): Angewandte Statistik. Springer-Verlag Berlin-Heidelberg-New York, 6. Auflage
- SÄCKER, S. & TÄUBE, A. (2015): Zukünftige Verwendung von Tri in der Asphaltanalytik. asphalt, Heft 3/2015, Schlütersche Verlagsgesellschaft mbH & Co. KG, Hannover
- SIGMA-ALDRICH Chemie GmbH (2018): Sicherheitsdatenblatt gemäß Verordnung (EG) Nr. 453/2010, Caprylsäuremethylester
- TÄUBE, A. (2013): Welche Lösemittel verwenden wir zukünftig bei der Asphaltextraktion? Straße und Autobahn, Heft 11, Kirschbaum Verlag, Köln
- TRGS 400 (2017): Technische Regeln für Gefahrstoffe, Gefährdungsbeurteilung für Tätigkeiten mit Gefahrstoffen. Ausschuss für Gefahrstoffe (AGS), Bundesministerium für Arbeit und Soziales, Berlin
- TRGS 401 (2011): Technische Regeln für Gefahrstoffe, Gefährdung durch Hautkontakt Ermittlung – Beurteilung – Maßnahmen. Ausschuss für Gefahrstoffe (AGS), Bundesministerium für Arbeit und Soziales, Berlin
- TRGS 510 (2015): Technische Regeln für Gefahrstoffe, Lagerung von Gefahrstoffen in ortsbeweglichen Behältern. Ausschuss für Gefahrstoffe (AGS), Bundesministerium für Arbeit und Soziales, Berlin
- TRGS 800 (2011): Technische Regeln für Gefahrstoffe, Brandschutzmaßnahmen. Ausschuss für Gefahrstoffe (AGS), Bundesministerium für Arbeit und Soziales, Berlin
- TRGS 900 (2018): Technische Regeln für Gefahrstoffe, Arbeitsplatzgrenzwerte. Ausschuss für Gefahrstoffe (AGS), Bundesministerium für Arbeit und Soziales, Berlin
- TRGS 903 (2013): Technische Regeln für Gefahrstoffe, Biologische Grenzwerte. Ausschuss für Gefahrstoffe (AGS), Bundesministerium für Arbeit und Soziales, Berlin
- WEBER, E. (1986): Grundriss der biologischen Statistik, Gustav Fischer Verlag, Stuttgart, 9. Auflage
- WEINGART, W. & KRÜGER, K. (2012): Bindemittelrückgewinnung nach Asphaltextraktion mit alternativen Lösemitteln aus nachwachsenden Rohstoffen. Schlussbericht im Auftrag der AiF zu IGF-Vorhaben Nr. 16287 BR, Dessau, Rosslau



## Bilder

- Bild 1: Strukturformeln von Trichlorethylen (Tri)  $C_2HCl_3$  (links) und Octansäuremethylester (OME)  $C_9H_{18}O_2$  (rechts)
- Bild 2: Am ISBS eingesetzter Rotationsverdampfer zur Rückdestillation des Lösemittels OME – Foto (links) und Infrarotaufnahme (rechts)
- Bild 3: Vollautomatische Extraktionsanlage mit OME als Lösemittel am ISBS – links mit geschlossenen und rechts mit geöffneten Türen
- Bild 4: Prinzip des Lösemittelkreislaufes innerhalb der vollautomatischen Extraktionsanlage (links) und mit gezielten Umläufen des Lösemittels (rechts)
- Bild 5: Beispiel für die Funktionsweise der Gaschromatografie mit Massenspektrometrie-Kopplung GCMS (Quelle: [www.szk.de](http://www.szk.de))
- Bild 6: GCMS-Chromatogramme von frischem und mit OME extrahiertem Bitumen (ALISOV & WISTUBA, 2015), der OME-Peak ist markiert
- Bild 7: Bewertungsmaßstab zur Beurteilung der Restmenge OME im Bitumen
- Bild 8: Foto (links) und Infrarotaufnahme (rechts) der Destillation unter Standardbedingungen
- Bild 9: Foto (links) und Infrarotaufnahme (rechts) der Destillation bei Isolation von Kolben und Kühler
- Bild 10: Foto (links) und Infrarotaufnahme (rechts) der Destillation bei Anblasen mit einer Heißluftpistole
- Bild 11: Infrarotaufnahme mit Temperaturspot bei der Destillation nach Standardbedingungen (links) und bei Anblasen mit einer Heißluftpistole (rechts)
- Bild 12: Schaumbremse in eingebautem Zustand (links) und Detailaufnahme (rechts)
- Bild 13: Neu angefertigte Schaumbremse mit doppelter Kapazität (links) und Standard-Schaumbremse des Herstellers Heidolph (rechts)
- Bild 14: Ergebnisse für die Optimierung der Destillationsphase  $T_{BTSV}$ , Varianten a bis g
- Bild 15: Ergebnisse für die Optimierung der Destillationsphase: EP RuK unter Variation aller Destillationsbedingungen
- Bild 16: Ergebnisse für die Optimierung der Destillationsphase – Temperatur  $T_{BTSV}$  des BTSV unter Variation aller Destillationsbedingungen
- Bild 17: Ergebnisse für die Optimierung der Destillationsphase – Phasenwinkel  $\delta_{BTSV}$  des BTSV unter Variation aller Destillationsbedingungen
- Bild 18: Nach der Destillation verbleibender Anteil OME im Bitumen, mittels GCMS ermittelt, unter Variation ausgewählter Destillationsbedingungen
- Bild 19: Nach der Destillation verbleibender Anteil OME im Bitumen, mittels GCMS ermittelt, unter Variation ausgewählter Destillationsbedingungen
- Bild 20: Korrelation zwischen der Dauer der zweiten Destillationsstufe und dem nach der Destillation verbleibenden Anteil OME im Bitumen
- Bild 21: Korrelation zwischen der  $T_{BTSV}$  und dem nach der Destillation verbleibenden Anteil OME im Bitumen (ermittelt mittels GCMS), unter Variation ausgewählter Destillationsbedingungen
- Bild 22: Überarbeitete Extraktionsanlage mit externem Tank (links) und Einsicht bei geöffneten Türen (rechts)
- Bild 23: Rückstände von Füller und Bitumen in der Waschkammer nach Extraktion mit 2 Waschgängen und einer jeweiligen Dauer von ca. 15,7 min
- Bild 24: Ergebnisse der Extraktion – Resultierender löslicher Bindemittelgehalt unter Variation der Vorwärmung des Mischguts und der Reduzierung der Waschgänge
- Bild 25: Ergebnisse der Extraktion – Korngrößenverteilungen der Varianten a-1 bis a-9 unter Variation der Vorwärmung des Mischguts und der Reduzierung der Waschgänge

- Bild 26: Ergebnisse der Extraktion – Füllergehalt der Varianten a-1 bis a-9 unter Variation der Vorwärmung des Mischguts und der Reduzierung der Waschgänge
- Bild 27: Ergebnisse der Extraktion – Sandgehalt der Varianten a-1 bis a-9 unter Variation der Vorwärmung des Mischguts und der Reduzierung der Waschgänge
- Bild 28: Ergebnisse der Extraktion – Splittgehalt der Varianten a-1 bis a-9 unter Variation der Vorwärmung des Mischguts und der Reduzierung der Waschgänge
- Bild 29: Ergebnisse der Extraktion – Erwartete und tatsächliche Extraktionsdauer der Varianten a-1 bis a-9 unter Variation der Vorwärmung des Mischguts und der Reduzierung der Waschgänge
- Bild 30: Mischgut mit Temperaturfühler (links), Messung der Mischguttemperatur beim Vorwärmen im Ofen (rechts)
- Bild 31: Verlust von OME in der der Waschtrommel und Hülse bei externe Ofentrocknung über die Zeit
- Bild 32: Ergebnisse der Extraktion – Resultierender löslicher Bindemittelgehalt unter Variation der Trocknungstemperatur und der Waschtemperatur
- Bild 33: Ergebnisse der Extraktion – Korngrößenverteilungen der Varianten c-1 bis c-4 sowie d1 und d-2 unter Variation der Trocknungstemperatur und der Waschtemperatur
- Bild 34: Ergebnisse der Extraktion: Füllergehalt der Varianten c-1 bis c-4 sowie d1 und d-2 unter Variation der Trocknungstemperatur und der Waschtemperatur
- Bild 35: Ergebnisse der Extraktion – Sandgehalt der Varianten c-1 bis c-4 sowie d1 und d-2 unter Variation der Trocknungstemperatur und der Waschtemperatur
- Bild 36: Ergebnisse der Extraktion – Splittgehalt der Varianten c-1 bis c-4 sowie d1 und d-2 unter Variation der Trocknungstemperatur und der Waschtemperatur
- Bild 37: Ergebnisse der Extraktion – Erwartete und tatsächliche Extraktionsdauer der Varianten c-1 bis c-4 sowie d1 und d-2 unter Variation der Trocknungstemperatur und der Waschtemperatur
- Bild 38: Weithalspyknometer mit Probe und OME (links), Flaschenrollgerät mit Pyknometer (Mitte), Einfüllen in Extraktionsanlage (rechts)
- Bild 39: Ergebnisse der Extraktion – Resultierender löslicher Bindemittelgehalt unter Variation der Anlösedauer und -temperatur sowie der Dauer der Waschgänge
- Bild 40: Ergebnisse der Extraktion – Korngrößenverteilungen der Varianten e-1 bis e-6 unter Variation der der Anlösedauer und -temperatur sowie der Dauer der Waschgänge
- Bild 41: Ergebnisse der Extraktion – Füllergehalt der Varianten e-1 bis e-6 unter Variation der der Anlösedauer und -temperatur sowie der Dauer der Waschgänge
- Bild 42: Ergebnisse der Extraktion – Sandgehalt der Varianten e-1 bis e-6 unter Variation der der Anlösedauer und -temperatur sowie der Dauer der Waschgänge
- Bild 43: Ergebnisse der Extraktion – Splittgehalt der Varianten e-1 bis e-6 unter Variation der Anlösedauer und -temperatur sowie der Dauer der Waschgänge
- Bild 44: Ergebnisse der Extraktion: Erwartete und tatsächliche Extraktionsdauer der Varianten e-1 bis e-6 für das Anlösen des Mischguts und Reduzierung der Dauer der Waschgänge
- Bild 45: Ergebnisse der Extraktion: Resultierender löslicher Bindemittelgehalt unter Variation des Anlösens, der Anzahl und Dauer der Waschgänge sowie der Trocknungszeit
- Bild 46: Ergebnisse der Extraktion – Korngrößenverteilungen der Varianten f-1 bis f-9 unter Variation des Anlösens, der Anzahl und Dauer der Waschgänge sowie der Trocknungszeit
- Bild 47: Ergebnisse der Extraktion – Füllergehalt der Varianten f-1 bis f-9 unter Variation des Anlösens, der Anzahl und Dauer der Waschgänge sowie der Trocknungszeit

- Bild 48: Ergebnisse der Extraktion – Sandgehalt der Varianten f-1 bis f-9 unter Variation des Anlößens, der Anzahl und Dauer der Waschgänge sowie der Trocknungszeit
- Bild 49: Ergebnisse der Extraktion – Splittgehalt der Varianten f-1 bis f-9 unter Variation des Anlößens, der Anzahl und Dauer der Waschgänge sowie der Trocknungszeit
- Bild 50: Ergebnisse der Extraktion – Erwartete und tatsächliche Extraktionsdauer der Varianten f-1 bis f-6 für das Anlösen des Mischguts, Reduzierung von Anzahl und Dauer der Waschgänge und Variation der Trocknungsdauer
- Bild 51: Ergebnisse der optimierten Extraktion: Korngrößenverteilungen der Variante AC 32 T S als Soll-Wert des Eignungsnachweises und ermittelt mittels Extraktion mit Tri und OME
- Bild 52: Ergebnisse der optimierten Extraktion – Korngrößenverteilungen der Variante AC 16 B S als Soll-Wert des Eignungsnachweises und ermittelt mittels Extraktion mit Tri und OME
- Bild 53: Ergebnisse der optimierten Extraktion – Korngrößenverteilungen der Variante SMA 8 S als Soll-Wert des Eignungsnachweises und ermittelt mittels Extraktion mit Tri und OME
- Bild 54: Ergebnisse der optimierten Extraktion – Korngrößenverteilungen der Variante PA 8 als Soll-Wert des Eignungsnachweises und ermittelt mittels Extraktion mit Tri und OME
- Bild 55: Ergebnisse der GCMS an OME aus ALISOV & WISTUBA (2015)
- Bild 56: Ergebnisse der GCMS an OME, Null-Messung
- Bild 57: Ergebnisse der GCMS an OME nach 10 (oben) und 40 (unten) Extraktionsvorgängen
- Bild 58: Ergebnisse der GCMS an OME nach 80 (oben) und 130 (unten) Extraktionsvorgängen
- Bild 59: Veränderung der mittels GCMS am OME ermittelten Stoffe im frischen Zustand und

nach 10, 40, 80 und 130 Extraktionsvorgängen

Bild 60: Beispiel für eine Betriebsanleitung für den Umgang mit einer Extraktionsanlage

Bild 61: Beispiel für eine Betriebsanleitung für den Umgang mit OME

Bild 62: Hinweise für den Umgang mit OME

## Tabellen

Tab. 1: Optimierte Parameter für die automatisierte Extraktion mit OME als Lösemittel (ALISOV & WISTUBA, 2015)

Tab. 2: Vorgaben für die Extraktion und Rückgewinnung von Bindemittel aus Asphaltmischgut mit OME als Lösemittel von ALISOV & WISTUBA (2015) als Basis für dieses Projekt

Tab. 3: Für die Optimierung der Extraktion vorgehene Asphaltarten und -sorten

Tab. 4: Prüfmatrix der geplanten Bitumenprüfungen zur Bewertung der variierten Destillationsparameter

Tab. 5: Prüfmatrix zur Analyse der zu optimierenden Extraktionsparameter

Tab. 6: Vergleich zweier Mittelwerte von unabhängigen Stichproben aus normalverteilten Grundgesamtheiten nach SACHS (1984)

Tab. 7: Ergebnisse der GCMS bei unterschiedlichen Anteilen OME im Bitumen

Tab. 8: Optimierung der Destillation – Ermittelte Ergebnisse unter Variation der Destillationsbedingungen, Varianten a bis g

Tab. 9: Prüfmatrix der zusätzlichen und multiplen Varianten zur Bewertung der Destillationsparameter

Tab. 10: Optimierung der Destillation – Ermittelte Ergebnisse unter Variation der Destillationsbedingungen, multiple Varianten

Tab. 11: Ermittelte Ergebnisse der Destillation bei 210 °C in der zweiten Destillationsstufe an einem Straßenbaubitumen 160/220

- Tab. 12: Ergebnisse der GCMS für ausgewählte Destillationsvarianten
- Tab. 13: Ergebnisse der GCMS für ausgewählte Destillationsvarianten
- Tab. 14: Destillationsablauf mit den als optimal angesehenen Destillationsbedingungen
- Tab. 15: Ergebnisse der Bitumenprüfungen am mit OME destillierten Straßenbaubitumen 50/70
- Tab. 16: Ergebnisse der Bitumenprüfungen an mit OME destillierten Straßenbaubitumen 30/45
- Tab. 17: Ergebnisse der Bitumenprüfungen an mit OME destillierten polymermodifizierten Bitumen 25/55-55 A
- Tab. 18: Ergebnisse der Bitumenprüfungen an mit OME destillierten polymermodifizierten Bitumen 40/100-65 A
- Tab. 19: Differenz der Ergebnisse der mit OME rückgewonnenen und mit Tri rückgewonnenen Bitumen
- Tab. 20: Überprüfte Additive bzw. Stoffe bzgl. ihrer Löslichkeit in Lösemittel
- Tab. 21: Fotos der gelösten Additive bzw. Stoffe im jeweiligen Lösemittel
- Tab. 22: Erweiterte Parameter für die automatisierte Extraktion mit OME als Lösemittel
- Tab. 23: Erläuterungen der Extraktionsphasen des Asphaltanalysators, Standard-Extraktion nach ALISOV & WISTUBS (2015)
- Tab. 24: Zusammensetzung des für die Optimierung eingesetzten AC 11 D S
- Tab. 25: Varianten zur Optimierung des Extraktionsprozesses, Vorwärmen des Mischguts
- Tab. 26: Ergebnis der zweifachen Varianzanalyse auf die Gesamtvariabilität des Bindemittelgehaltes, Rückgewinnungsverfahren, bzgl. der Einflussgrößen Vorwärmen des Mischguts und Anzahl der Waschgänge
- Tab. 27: Ergebnis der zweifachen Varianzanalyse auf die Gesamtvariabilität des Füllergehaltes bzgl. der Einflussgrößen Vorwärmen des Mischguts und Anzahl der Waschgänge
- Tab. 28: Ergebnis der zweifachen Varianzanalyse auf die Gesamtvariabilität des Sandgehaltes bzgl. der Einflussgrößen Vorwärmen des Mischguts und Anzahl der Waschgänge
- Tab. 29: Ergebnis der zweifachen Varianzanalyse auf die Gesamtvariabilität des Sandgehaltes bzgl. der Einflussgrößen Vorwärmen des Mischguts und Anzahl der Waschgänge
- Tab. 30: Zusammenfassung der Ergebnisse der Varianten für das Vorwärmen des Mischguts
- Tab. 31: Varianten zur Optimierung des Extraktionsprozesses, externe Trocknungsphase
- Tab. 32: Varianten zur Optimierung des Extraktionsprozesses, Erhöhung von Trocknungstemperatur und Waschttemperatur
- Tab. 33: Zusammenfassung der Ergebnisse der Varianten für veränderte Trocknungstemperaturen und Waschttemperaturen
- Tab. 34: Varianten zur Optimierung des Extraktionsprozesses, Anlösen des Mischguts
- Tab. 35: Zusammenfassung der Ergebnisse der Varianten für das Anlösen des Mischguts und Reduzierung der Dauer der Waschgänge
- Tab. 36: Ergebnisse der kombinierten Varianten zur Optimierung des Extraktionsprozesses
- Tab. 37: Zusammenfassung der Ergebnisse der Varianten für das Anlösen des Mischguts, Reduzierung von Anzahl und Dauer der Waschgänge und Variation der Trocknungsdauer
- Tab. 38: Zusammensetzung der eingesetzten Asphaltarten, ermittelt durch mehrfache Extraktion mit Tri
- Tab. 39: Ergebnisse der Extraktion AC 32 T S, ermittelt durch mehrfache Extraktion mit Tri und OME

- Tab. 40: Ergebnisse der Extraktion AC 16 B S ermittelt durch mehrfache Extraktion mit Tri und OME
- Tab. 41: Ergebnisse der Extraktion SMA 8 S ermittelt durch mehrfache Extraktion mit Tri und OME
- Tab. 42: Ergebnisse der Extraktion PA 8 ermittelt durch mehrfache Extraktion mit Tri und OME
- Tab. 43: Mittels GCMS ermittelte, wesentliche Stoffe im Lösemittel OME im frischen Zustand und nach 10, 40, 80 und 130 Extraktionsvorgängen
- Tab. 44: Einstufung vom OME in Gefährdungskategorien nach BORN, CARL & SCHNEIDER (2017)
- Tab. 45: Gefahrstoffverordnung – Auszüge aus § 7 Grundpflichten
- Tab. 46: Gefahrstoffverordnung – Auszüge aus § 8 Allgemeinen Schutzmaßnahmen
- Tab. 47: Gefahrstoffverordnung – Auszüge aus § 9 Zusätzlichen Schutzmaßnahmen
- Tab. 48: Gefahrstoffverordnung – Auszüge aus § 11 Besondere Schutzmaßnahmen
- Tab. 49: TRGS 401 – Artikel 6.1 Allgemeine Hygienemaßnahmen
- Tab. 50: TRGS 800 – Beispiele für Maßnahmen bei normaler Brandgefährdung
- Tab. 51: Ablauf der Destillation eines Bitumen/Lösemittelgemisches für das Lösemittel Trichlorethylen (Tri) sowie Octansäuremethylester (OME) nach bisherigem und optimiertem Verfahren
- Tab. 52: Wesentliche Parameter für die bisherigen und das optimale Extraktionsprogramm am untersuchten AC 11 D S

## Schriftenreihe

### Berichte der Bundesanstalt für Straßenwesen

#### Unterreihe „Straßenbau“

## 2018

#### S 115: Performance-orientierte Asphaltspezifikation – Entwicklung eines praxisgerechten Prüfverfahrens zur Ansprache des Verformungswiderstandes

Wistuba, Isailović

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

#### S 116: Weiterführende Untersuchungen zur Beurteilung des Adhäsionsverhaltens zwischen Bitumen und Gestein

Radenberg, Nytus, Boetcher, Diedel, Miehl

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

#### S 117: Bauzeitenverkürzung durch optimierten Asphaltbau

Böhm, Tiemann, Ulrich, Verges, Muschalla

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

#### S 118: Untersuchung der Dauerhaftigkeit unterschiedlicher Asphaltbinderkonzepte

Renken, Wistuba

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

#### S 119: Grundfragen des straßenrechtlichen Nutzungsregimes – Straßenrecht im Zeichen des Klimawandels

Durner

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

#### S 120: Temperaturuntersuchungen am und im Mobile Load Simulator MLS30 – Analyse des Temperatureinflusses während eines Dauerversuchs für weitere Versuchsprogramme

Wacker, Scherkenbach, Jansen

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

#### S 121: Repräsentative Ermittlung der performance-relevanten Asphalteigenschaften als Grundlage neuer Vertragsbedingungen

Roos, Plachkova-Dzhurova, Grafmüller, Milch, Hase, Schindler

Schröter, Zumsande, Wörner, Kazakova, Patzak

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

#### S 122: Ermittlung neuer Zuordnungswerte zur Einteilung bindiger Böden in Fest- und Lockergesteine

Möller, Bundschuh, Birle, Heyer

€ 18,50

#### S 123: Bindemitteldesign für Asphaltstraßen – Definition eines chemisch-rheologischen Anforderungsprofils

Stephan, Weigel

€ 19,00

#### S 124: Dauerhafte Betonfahrbahndecken unter Berücksichtigung aktueller ökologischer und wirtschaftlicher Aspekte

Müller, Schulte-Schrepping, Benra, Ludwig, Breitenbücher

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

#### S 125: Potenzial innovativer Messsysteme für den Erdbau – Literaturstudie

Radenberg, Manke, Steeb, Jänicke

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

#### S 126: Bau und Messungen an einer Versuchsstrecke mit optimierter Kiestragschicht unter der Betondecke

Freudenstein, Neudert

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

#### S 127: Entwicklung eines Finite Elemente Modells für die rechnerische Dimensionierung von Straßen gemäß RDO Beton

Villaret, Kiehne, Riwe, Villaret

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

#### S 128: Reduzierung der Schwindverformungen des Straßenbetons durch den Einsatz neuartiger Schwindreduzierer

Breitenbücher, Penttilä, Schulte-Schrepping

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

## 2019

#### S 129: Verfahren zur Prognose des Alterungsverhaltens von Asphalt

Hase, Beyersdorf, Hase, Rademacher

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

#### S 130: Entwicklung einer Prüfsystematik für Porous Mastic Asphalt (PMA)

Radenberg, Holzwarth

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

#### S 131: Einfluss viskositäts- verändernder Zusätze auf den Zeitpunkt der Verkehrsfreigabe

Radenberg, Gehrke

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

#### S 132: Temperierte Straße Untersuchungen zur Realisierung eines Demonstrators auf dem duraBAST

Oeser, Carreño, Renken, Kemper, Kneer, Höfler,

Al-Sibai, Hess, Gouya, zu Dohna, Steins

€ 15,50

#### S 133: Beanspruchung der Straßeninfrastruktur durch Lang-Lkw – Stufe 2: Nacherhebung

Wolf, Uhlig

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

#### S 134: Temperatureinfluss auf die Sichtbarkeit von Substanzmerkmalen (Oberfläche)

Skakuj, Balck, Beckedahl, Schrödter, Koppers, Ramadan

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

#### S 135: Eignung von Boden-Bindemittel-Gemischen als Baustoff für den Hinterfüllbereich von Bauwerken

Botor, Tost

€ 15,50

#### S 136: KiST-Zonen-Karte RDO und RSO Asphalt

Augter, Kayser

€ 16,50

#### S 137: Ressourcenschonung Bedingungen für die Verwendung organogener und weicher Böden sowie von Sekundärbaustoffen als Massenbaustoffe im Erdbau

Cudmani, Heyer, Engel, Schoenherr

€ 22,50

**S 138: Entwicklung eines scannenden Prüfgeräts zur Detektion von Delaminationen in Betonfahrbahndecken**

Groschup, Große, Eger, Freudenstein  
Dieser Bericht liegt nur in digitaler Form vor und kann unter <https://bast.opus.hbz-nrw.de/> heruntergeladen werden.

**S 139: Unterhaltung und Sanierung des Straßennetzes – Referate eines Forschungsseminars des Arbeitskreises „Straßenrecht“ am 17. und 18. September 2018 in Bonn**

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

**S 140: Erfahrungssammlung Bitumendaten – Frischbitumen**

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

**S 141: Ermittlung des Bindemittelgehaltes von Asphalt mit gummi-modifiziertem Bindemittel**

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

## 2020

**S 142: Untersuchungen zur Verbesserung der Methode zum fachgerechten Schließen von Bohrkernentnahmestellen**

Beckedahl, Koppers, Schrödter € 15,50

**S 143: s/v-Wert beim dynamischen Plattendruckversuch**

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

**S 144: Entwicklung eines Prüfverfahrens zur Beurteilung des Kälteverhaltens von Bitumen**

Radenberg, Staschkiewicz € 17,50

**S 145: Schadenskategorie-spezifische Bewertung von AKR-Prüfverfahren**

Weise, Werner, Maier, Wilsch  
Dieser Bericht liegt nur in digitaler Form vor und kann unter <https://bast.opus.hbz-nrw.de/> heruntergeladen werden.

**S 146: Untersuchungen zur Möglichkeit der Verarbeitung von Gussasphalt bei maximal 230 °Celsius ohne viskositätsverändernde Zusätze**

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

## 2021

**S 147: Numerische Modellierung der Lysimeteruntersuchungen der BAST**

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

**S 148: Ermittlung und Prognose von Spannungszuständen in Betonfahrbahndecken**

Freudenstein, Eger, Pichotka, Riwe, K. Villaret, S. Villaret, Frohböse  
Dieser Bericht liegt nur in digitaler Form vor und kann unter <https://bast.opus.hbz-nrw.de/> heruntergeladen werden.

**S 149: Untersuchungen zur Durchsickerung von RC-Baustoffen und industriellen Nebenprodukten bei Bauweisen für technische Sicherungsmaßnahmen**

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

**S 150: Abschätzung des Restwerts im PMS am Ende des Bewertungszeitraums**

Stöckner, Sagnol, Brzuska, Wellner, Blasl, Sommer, Krause, Komma € 19,50

**S 151: Prognose der Griffigkeitsentwicklung von Waschbetonfahrbahndecken mit der Prüfanlage nach Wehner/Schulze**

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

**S 152: Wiederverwendung von RC-Baustoffen aus AKR-geschädigten Betonfahrbahndecken**

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

**S 153: Optimierung von Fugensystemen in Betonfahrbahndecken – Messtechnische Grundlage zur Ermittlung realer Beanspruchungen in situ**

Recknagel, Spitzer, Hoppe, Wenzel, Pirsakawetz € 23,00

**S 154: Prozessoptimierung der Asphaltextraktion mit Oktansäuremethylester (OME)**

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

Fachverlag NW in der Carl Ed. Schünemann KG  
Zweite Schlachtpforte 7 · 28195 Bremen  
Tel.+(0)421/3 69 03-53 · Fax +(0)421/3 69 03-48

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

[www.schuenemann-verlag.de](http://www.schuenemann-verlag.de)

Alle Berichte, die nur in digitaler Form erscheinen, können wir auf Wunsch als »Book on Demand« für Sie herstellen.