

# Untersuchung von lösemittelsparenden Verfahren zur Extraktion von Bitumen aus Asphalt im Vergleich zur DIN 1996-6 und Bestimmung der Präzision

FA 7.188

Forschungsstelle: TU München, Lehrstuhl für Baustoffkunde und Werkstoffprüfung, MPA BAU (Prof. Dr.-Ing. P. Schießl)

Bearbeiter: Wörner, T. / Charif, K. / Riechert, A.

Auftraggeber: Bundesministerium für Verkehr, Bau- und Wohnungswesen, Bonn

Abschluss: Oktober 2001

## 1. Ausgangssituation und Aufgabenstellung

Ein wesentliches Element im Qualitätssicherungssystem des Asphaltstraßenbaus ist die Bestimmung des Bindemittelgehaltes und der Korngrößenverteilung durch Extraktion des Bindemittels aus dem Asphalt. Zusammen mit den Eigenschaften des in dem entsprechenden Asphalt verwendeten Bindemittels gehen diese stoffspezifischen Größen mit ein in die Abnahme von Baumaßnahmen, haben also einen vertragsrechtlich hohen Stellenwert. Es ist daher zwingend erforderlich, vor allem Bindemittelgehalt und Korngrößenverteilung mit Verfahren zu bestimmen, die eine hohe Präzision haben, bei deren Anwendung in unterschiedlichen Laboratorien demnach auch vergleichbare Ergebnisse erzielt werden.

In den vergangenen Jahren haben sich erhebliche Verschiebungen in den Vorschriften zur Arbeitshygiene ergeben. Gravierend ist vor allem die Einstufung von Trichlorethen als krebserzeugender Stoff anzusehen. Es ist zu erwarten, dass in absehbarer Zeit die Forderung nach Extraktionsverfahren, die ohne die Verwendung von Lösemitteln auskommen, gestellt wird. Auf Grund der bislang vorliegenden Erfahrungen können die Asphaltindustrie und die Asphaltlaboratorien diese Forderung nicht kurzfristig erfüllen, sodass als nächst möglicher Schritt Verfahren zu entwickeln sind, die einen geringeren Verbrauch an Lösemitteln haben.

Im deutschsprachigen Raum bieten derzeit zwei Hersteller Extraktionsanlagen der "neuen Generation" mit unterschiedlichen Arbeitsweisen an, den Asphaltextraktor und den Asphaltanalysator, die auf Grund der Herstellerangaben einen sehr geringen Lösemittelverlust aufweisen. Insgesamt befinden sich über 100 solcher Anlagen im europäischen Raum (Deutschland, Holland, Österreich, Schweiz) im Einsatz, detaillierte Kenntnisse über die Arbeitsweise dieser Anlagen liegen jedoch in einer zusammenfassenden Darstellung noch nicht vor.

## 2. Untersuchungsmethodik

Im Rahmen des vorliegenden Forschungsvorhabens wurden die folgenden drei Teilziele verfolgt:

1. Nachweis der grundsätzlichen Eignung der automatischen Extraktionsanlagen der neuen Generation für die Extraktion im Rahmen der Eigenüberwachung und der Kontrollprüfungen,
2. Bestimmung der auftretenden Lösemittelverluste,
3. Ringversuch zur Ermittlung der Präzisionsdaten für die Bindemittelgehaltsbestimmung unter Einsatz der automatischen Extraktionsanlagen der neuen Generation.

Grundsätzlich handelt es sich bei beiden Geräten um Extraktionsanlagen, die bei der Bestimmung des Bindemittelgehaltes und der Korngrößenverteilung von Asphalten eingesetzt werden. Die Hersteller geben hierbei an, dass der Lösemittelverlust

je Extraktion unter 50 ml liegt und somit eine gegenüber den Extraktionsverfahren nach DIN 1996-6 erhebliche Einsparung an Lösemitteln bzw. eine Reduzierung des Verlustes an Lösemitteln realisierbar sei. Der geringe Lösemittelverlust wird bei beiden Geräten durch die Kapselung der Bereiche, die mit Lösemittel in Verbindung kommen, erreicht.

Bei beiden Geräten schließt sich an die eigentliche Extraktion die Trocknung der Mineralstoffe an, wodurch das nach der Extraktion noch in den Mineralstoffen enthaltene Lösemittel im geräteinternen Kreislauf gehalten wird.

Zudem verfügen beide Geräte – wie schon die bekannten bisherigen Extraktionsautomaten – über eine Lösemittelrückgewinnungsanlage mit zwei Kammern. In einer Kammer wird das Lösemittel vom Bindemittel durch Verdampfung getrennt, die andere Kammer, in der die Lösemitteldämpfe kondensieren, dient als Vorratsbehälter für das Lösemittel.

Für den Betrieb beider Anlagen ist Kühlwasser (Temperatur 10–15 °C, Verbrauch 6–8 l/min) erforderlich. Mit sinkender Temperatur des Kühlwassers steigt der Wirkungsgrad der Anlage.

## 3. Untersuchungsergebnisse

### 3.1 Voruntersuchungen

Im Rahmen der Vorversuche wurden Extraktionen an unterschiedlichen Asphalten durchgeführt. Bindemittelgehalt und Korngrößenverteilung wurden hierbei mit den Extraktionsgeräten in Doppelbestimmungen bei drei verschiedenen Extraktionsdauern durchgeführt, die vergleichende Kaltextraktion nach DIN 1996-6 als Einfachbestimmung.

Bei der Besprechung der Forschungsnehmer nach Abschluss der Vorversuche wurde die Vorgehensweise für die Hauptversuche festgelegt, wobei die Grundeinstellungen der Extraktionsgeräte zu beachten sind. Für den Extraktor sind in der Tabelle 1 die Auswasch- und die Trocknungszeit (E/T), für den Analysator die Anzahl der Waschgänge angegeben.

Tabelle 1: Geräteeinstellungen für die Hauptversuche

Mischgutart	Asphaltextraktor [min]	Asphaltanalysator [Anz.]
Gussasphalt 0/11 S	25/45	9
Splittmastixasphalt 0/11 S	25/45	6
Asphalttragschicht 0/32 CS	25/45	5
Asphaltbinder 0/22 S	25/45	5
Asphaltgranulat	30/45	6

Aus den Vorversuchen mit dem Asphaltextraktor hatte sich ergeben, dass die Mineralstoffe nach Auswaschzeiten von 24 Minuten frei von Bindemittelresten waren. Daher wurde die Auswaschzeit für die Hauptversuche einheitlich auf 25 Minuten festgelegt. Lediglich beim Asphaltgranulat sind erfahrungsgemäß längere Zeiten erforderlich, sodass hier mit Auswaschzeiten von 30 Minuten gearbeitet wird. Bei den Trocknungszeiten zeigte sich bei allen Versuchen, dass eine Trocknungszeit von 45 Minuten als ausreichend anzusehen ist. Die dann noch verbleibende Restfeuchtigkeit muss durch kurzfristiges Trocknen in einem Wärmeofen (geeignet vor allem Vakuumofen mit Kältefalle) ausgetrieben werden.

Für den Asphaltanalysator erschien es zweckmäßig, eine unterschiedliche Anzahl an Waschgängen in Abhängigkeit von der Mischgutart festzulegen. Auf Grund der praktischen Erfahrungen und der Ergebnisse der Vorversuche einigte man sich, mit 5, 6 bzw. 9 Waschgängen zu arbeiten.

Da beim Asphaltanalysator die Grundparameter fest im System einprogrammiert und nach Aussage der Gerätehersteller alle Geräte mit der gleichen Einstellung versehen sind, waren hier keine zusätzlichen Veränderungen notwendig.

## 3.2 Hauptversuche

Um aus den Untersuchungen Aussagen über das gesamte Spektrum der im Asphaltstraßenbau verwendeten Asphalte zu erhalten, werden die Hauptversuche an folgenden Asphalten durchgeführt:

- Gussasphalt 0/11 S mit B 25,
- Splittmastixasphalt 0/11 S mit B 65,
- Asphaltbinder 0/22 S mit PmB 45,
- Asphalttragschicht 0/32 CS mit B 80,
- Asphaltgranulat,
- Asphaltmastix mit B 45.

Im Hinblick auf eine einheitliche Handhabung bei der Versuchsdurchführung der einzelnen Forschungspartner wurden folgende grundsätzlichen Vereinbarungen für die Hauptversuche getroffen:

- Die inzwischen vorliegenden europäischen Normen zur Bindemittelprüfung werden bei der Bearbeitung nicht berücksichtigt, da für die Auswertung der Ergebnisse nur die Differenzen zwischen den Extraktionsverfahren herangezogen werden und daher die Verschiebung z. B. beim Erweichungspunkt Ring und Kugel nicht von Bedeutung ist.
- Zwischen Mischgutherstellung und Durchführung der Extraktionen soll ein Zeitraum von mindestens vier Wochen eingehalten werden.
- Für die Bestimmung der Bindemittleigenschaften ist das Bitumen am Tag nach der Extraktion zurückzugewinnen und die Eigenschaften des Bindemittels sind direkt im Anschluss zu ermitteln.
- Bei den Extraktionen mit dem Asphaltanalysator und dem Asphaltextraktor wird als unteres Sieb ein 0,09 mm-Sieb verwendet, um ein Zusetzen zu vermeiden.
- Es sind immer zwei Dreifachbestimmungen der Kenngrößen "Korngrößenverteilung, Bindemittelgehalt, Erweichungspunkt Ring und Kugel, Nadelpenetration, Aschegehalt und ggf. elastische Rückstellung" mit "neuem" Extraktionsgerät und nach DIN 1996-6 durchzuführen. Die Bestimmung des Bindemittelgehaltes erfolgt nach dem Differenzverfahren.
- Für die Bestimmung der Bindemittleigenschaften muss das Bindemittel aus mehreren Extraktionsgängen (Teilproben) zusammengefasst werden. Die Einzelwerte für Korngrößenverteilung und Bindemittelgehalt gehen in die Auswertung mit ein.
- Die Betrachtung der Bindemittelgehalte erfolgt immer für den Gesamtbindemittelgehalt; die sich aus unterschiedlichen Füllanteilen ergebenden Unterschiede im unlöslichen Anteil des Bindemittels werden nicht explizit betrachtet.

Aus dem Vergleich der Extraktionsergebnisse mit dem Asphaltanalysator, dem Asphaltextraktor und der Extraktion nach DIN 1996-6 ist festzuhalten:

- Die ermittelten Bindemittelgehalte unterschieden sich nicht signifikant.
- Die ermittelten Splittanteile unterschieden sich nicht signifikant. Nach Ausscheiden der Ausreißer unterscheidet sich der Extraktor signifikant von den anderen zwei Verfahren. In-

samt liegen die ermittelten Unterschiede aber auf einem derart niedrigen Niveau, dass die Verfahren als gleichwertig zu betrachten sind.

- Die Grobsplittanteile unterschieden sich nicht signifikant.
- Die ermittelten Sandanteile unterschieden sich signifikant. Bezieht man jedoch die ermittelten Unterschiede mit ein, so kann davon ausgegangen werden, dass die mit den Verfahren ermittelten Ergebnisse vergleichbar sind.
- Bei den ermittelten Füllergehalten unterschieden sich die Extraktion nach DIN 1996-6 signifikant von den Extraktionen mit den Extraktionsgeräten, die um ca. 1 M.-% höhere Füllergehalte ergeben.
- Die ermittelten Erweichungspunkte Ring und Kugel unterschieden sich nicht signifikant.
- Die ermittelten Aschegehalte unterschieden sich signifikant. Zu beachten ist hierbei jedoch, dass lediglich die für das Asphaltgranulat und den Gussasphalt (Asphaltanalysator) ermittelten Werte den Anforderungswert der DIN 1996 überschreiten.
- Die ermittelten Nadelpenetrationen unterschieden sich nicht signifikant.

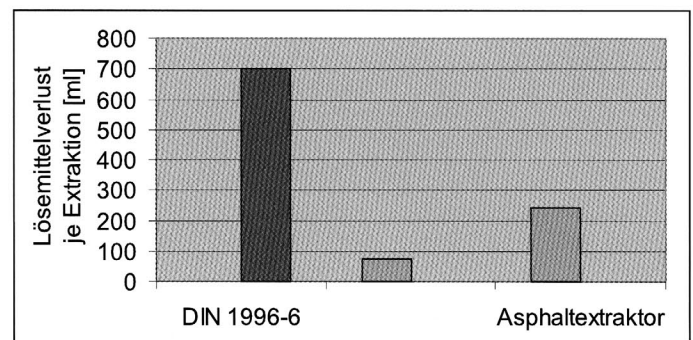
Insgesamt ist festzustellen, dass unter Berücksichtigung der um ca. 1 M.-% höheren Füllergehalte die Ergebnisse, die mit den Extraktionsanlagen der "neuen Generation" erzielt werden, mit den Ergebnissen nach DIN 1996-6 vergleichbar sind.

Die Versuche zum Lösemittelverbrauch wurden bei allen drei Forschungsnehmern durchgeführt. Die Versuche erfolgten in München mit dem Asphaltextraktor, in Karlsruhe mit dem Asphaltanalysator und bei der Südwest-Asphalt mit beiden Geräten, als Lösemittel wurde wiederum Trichlorethen eingesetzt. Die Einstellungen der Geräte wurden für die Versuche zum Lösemittelverbrauch gegenüber der Einstellung während der Hauptversuche nicht geändert. Zur Ermittlung des Lösemittelverlustes wurden in mehreren Versuchsserien mit dem Asphaltextraktor insgesamt 94 Extraktionen und mit dem Asphaltanalysator 189 Extraktionen durchgeführt.

Bei dem Asphaltextraktor liegen die Lösemittelverluste je Extraktion zwischen 296,0 g und 423,9 g, was einem Volumen von 202,0–289,4 ml entspricht. Im Mittel war ein Verlust in Höhe von 355,6 g bzw. 242,7 ml festzustellen. Zur Reduzierung der Lösemittelverluste ist es zwingend notwendig, sowohl die Dichtungen zwischen den einzelnen Sieben als auch die Abdichtung der Nieten an den Siebrahmen regelmäßig zu überprüfen und ggf. zu ersetzen bzw. neu abzudichten.

Bei dem Asphaltanalysator liegen die Lösemittelverluste je Extraktion zwischen 17,0 g und 122,2 g, was einem Volumen von 11,6–76,7 ml entspricht. Im Mittel war ein Verlust von 105,3 g bzw. 71,9 ml festzustellen. Lässt man den extrem niedrigen Wert der Serie mit 17,0 g pro Extraktion außer Acht, so liegt der Mittelwert immer noch bei 114,2 g bzw. 77,9 ml.

Die ermittelten Lösemittelverluste sind insgesamt jedoch im Verhältnis zu den bisherigen Laborerfahrungen zu sehen. Nach



1: Mittlere Lösemittelverluste bei unterschiedlichen Extraktionsverfahren

Aussagen im Arbeitskreis 7.3.8 "Laboratoriumstechnik" der FGSV liegt der mittlere Verlust bei den konventionellen Extraktionen bei 700 ml je Extraktion. Bild 1 verdeutlicht die Verhältnisse.

### 3.3 Ringversuch

Zur Teilnahme an dem Ringversuch haben sich 19 Prüfstellen bereit erklärt. In den Ringversuch konnten 8 Asphaltextraktoren und 15 Asphaltanalysatoren, d.h. insgesamt 23 Geräte, einbezogen werden.

Für jedes der drei Messniveaus waren zwei Ergebnisse aus jeweils zwei Teilproben zu bestimmen. Insgesamt ergaben sich somit für die Teilnehmer 12 Extraktionen je Gerät. Das Mischgut wurde in Anlehnung an die Eignungsprüfungen des Forschungsauftrages hergestellt. Im Einzelnen handelte es sich um eine Asphalttragschicht 0/32 CS, einen Asphaltbinder 0/22 S und einen Gussasphalt 0/11 S.

Bei den Parametern Bindemittelgehalt, Füllergehalt, Sand-, Splitt- und Größtkornanteil wurde auf die Ermittlung des Endergebnisses, also der Bildung des Mittelwertes aus den drei Messniveaus, verzichtet, da die einzelnen Standardabweichungen alle eine Abhängigkeit vom jeweiligen Mittelwert vermuten ließen und zudem ein Vergleich der Werte jedes Messniveaus mit Präzisionsdaten der DIN 1996-6 bzw. 1996-14, welche meist auch von dem Zahlenwert des Ergebnisses abhängig sind, möglich

war. Bis auf drei am Gussasphalt ermittelte Standardabweichungen (beide Standardabweichungen beim Bindemittelgehalt und die Standardabweichung unter Wiederholbedingungen beim Größtkornanteil) waren alle anderen im Ringversuch ermittelten Werte günstiger als die Präzisionsdaten der DIN 1996. Die mit dem Asphaltanalysator und dem Asphaltextraktor ermittelten Ergebnisse weisen demzufolge keine ungünstigeren Präzisionsdaten als die Kaltextraktion nach DIN 1996-6 auf.

Für die am zurückgewonnenen Bindemittel bestimmten Parameter Erweichungspunkt Ring und Kugel und Aschegehalt gilt, dass die Präzision deutlich ungünstiger als bei der Bestimmung am Originalbitumen ist.

### 4. Folgerungen

Zusammenfassend ist festzustellen, dass mit den Extraktionsgeräten der "neuen Generation" Untersuchungen an Asphalt mit einer Präzision durchgeführt werden können, die der Präzision der DIN 1996 vergleichbar ist. Lediglich beim Gussasphalt ergaben sich ungünstigere Werte. Insgesamt ist jedoch mit höheren Füllergehalten zu rechnen.

Die im Ringversuch festgestellten hohen Aschegehalte sind wohl auch durch die Betriebsweise der einzelnen Anlagen in den Laboratorien bedingt und können bei entsprechender Handhabung gesenkt werden, wie die Ergebnisse der Hauptversuche zeigen. □