

Schlussbericht

der Forschungsstelle(n)

Nr. 1: Hochschule Anhalt, FB 3, Dessau-Roßlau und Nr.2: GMBU e.V., Halle

zu dem über die



im Rahmen des Programms zur
Förderung der Industriellen Gemeinschaftsforschung und -entwicklung (IGF)

vom Bundesministerium für Wirtschaft und Technologie
aufgrund eines Beschlusses des Deutschen Bundestages

geförderten Vorhaben **IGF Vorhaben Nr. 16287 BR**

Thema des IGF-Vorhabens:

**Entwicklung eines Verfahrens zur Bindemittelrückgewinnung nach Asphaltextraktion mit
alternativen Lösemitteln aus nachwachsenden Rohstoffen**

(Bewilligungszeitraum: 01.01.2010 - 31.03.2012)

der AiF-Forschungsvereinigung

Deutsches Asphaltinstitut e.V.

Dessau-Roßlau / Halle, 18.06.2012

Ort, Datum

Prof. Dr.-Ing. W. Weingart / Dr.-Ing. K. Krüger

Name und Unterschrift des/der Projektleiter(s)

An der/den Forschungsstelle(n)

Gefördert durch:



Bundesministerium
für Wirtschaft
und Technologie

aufgrund eines Beschlusses
des Deutschen Bundestages

Das IGF-Vorhaben Nr. 16287 BR der Forschungsvereinigung Deutsches Asphaltinstitut e. V. wurde über die AiF im Rahmen des Programms zur Förderung der Industriellen Gemeinschaftsforschung und –entwicklung (IGF) vom Bundesministerium für Wirtschaft und Technologie aufgrund eines Beschlusses des Deutschen Bundestages gefördert.

Zusammenfassung

Die Bindemittelrückgewinnung nach Asphaltextraktion ist unter Verwendung von Caprylsäuremethylester als Lösemittel erfolgreich durchführbar. Es wurde festgestellt, dass Caprylsäuremethylester hinsichtlich Siedeverhalten und Lösevermögen gegenüber Bitumen optimale Voraussetzungen für die Asphaltextraktion inklusive Rückgewinnung des Lösemittels besitzt. Das bisherige Verfahren zur Rückgewinnung des Bindemittels musste hinsichtlich der Verwendung des Pflanzenölestere als Lösemittel weiterentwickelt werden. Gleichzeitig wurde die dazugehörige Vakuumtechnik neu konzipiert und erprobt. Dazu wurden das Labor-Vakuum-System LVS 610 T und das Labor-Vakuum-System PC3/RZ6 genutzt. Die in Tab. 1 dargestellten Destillationsparameter für unterschiedliche Bitumensorten zeigen, dass eine erfolgreiche Bindemittelrückgewinnung sowohl mit Membranpumpe als auch mit Drehschieberpumpe möglich ist.

Anhand der Kennwerte „Restlösemittelgehalt“, „Erweichungspunkt“, „Brechtspunkt“ und „elastische Rückstellung“ konnte festgestellt werden, dass ein fast vollständiges Abdestillieren des Lösemittels erfolgte. Die ermittelten Werte am zurückgewonnenen Bitumen wurden mit den Werten des Ausgangsbitumens verglichen. Dabei konnte generell nachgewiesen werden, dass die Bitumeneigenschaften des zurückgewonnenen Bitumens sehr gut mit denen des Ausgangsbitumens übereinstimmen, wenn die im Rahmen des Forschungsprojektes ermittelten Destillationsparameter eingehalten werden.

Vergleichsuntersuchungen mit TRI wurden von der BGI Brambach GmbH durchgeführt. Die am zurückgewonnenen Bitumen ermittelten Erweichungspunkte Ring und Kugel sowie die Brechpunkte stimmen sowohl bei Verwendung des LM TRI als auch bei Verwendung des LM Caprylsäuremethylester sehr gut mit denen am Ausgangsbitumen ermittelten Werten überein. Die Abweichungen liegen innerhalb der zulässigen Toleranzen. Damit ist der Nachweis erbracht, dass Caprylsäuremethylester zur Asphaltextraktion mit anschließender Bindemittelrückgewinnung eingesetzt werden kann. Eine vollständige Substitution des Lösemittels TRI ist möglich, wobei die bisherigen Erfahrungen bezüglich der Bewertung der Bindemittelleigenschaften des zurückgewonnenen Bitumens weiterhin gelten können.

Der Entwurf einer modifizierten Prüfvorschrift für die Bindemittelrückgewinnung wurde in Anlehnung an DIN EN 12697-3 sowie TP Asphalt-STB Teil 3 erstellt.

Zur Durchführung der Bindemittelrückgewinnung wird die kostengünstigere Variante unter Verwendung des Labor-Vakuum-Systems LVS 610 T favorisiert, da hier aufgrund des höheren Enddruckes im Vergleich zur Drehschieberpumpe die Gefahr des Siedeverzuges geringer ausfällt.

Da Caprylsäuremethylester einen starken Eigengeruch besitzt, wird für weitere Vorhaben vorgeschlagen, das geruchsneutralere LM Laurinsäuremethylester zu testen, obwohl der Siedepunkt etwas höher liegt.

Zur Ansteuerung der Destillationsapparatur wurde ein Softwarekonzept erstellt. Die Geräteansteuerung ist in einzelne hierarchisch gegliederte Module strukturiert, die abgegrenzte und in sich geschlossene Aufgabenbereiche übernehmen. Die Destillationsapparatur mit ihren Komponenten wird durch zugehörige Softwaremodule modelliert. Dies ermöglicht eine rationelle Anpassung und Optimierung von Hard- und Software, ohne die komplette und bereits getestete Gesamtstruktur verändern zu müssen. Innerhalb des Hauptprogramms wird ein interner Prozess zur Ansteuerung der Destillationstechnik gestartet. Der Mess- und Regelprozess enthält die einzelnen Hardwaremodelle für den Steuerprozess. Die Hardwaremodelle kommunizieren selbstständig und unabhängig voneinander mit den zugehörigen Schnittstellen. Die Kommunikation durch die Schnittstellenhardware wird ebenfalls durch selbstständig arbeitende Schnittstellenprozesse durchgeführt. Eine Gliederung in einzelne softwaretechnisch abgegrenzte Prozesse ermöglicht ein stabiles und zuverlässiges Systemverhalten der rechentechnischen Steuerung.

Tabelle 1: Destillationsparameter in Bezug zur verwendeten Vakuumtechnik unter Verwendung 10%iger Bindemittellösungen.

Bitumensorte	Membranpumpe				Drehschieberpumpe		
	50/70	20/30	25/55-55A	40/100-65A	50/70	25/55-55A	40/100-65A
Destillationsbeginn [Min]	20	24	34	31	22	21	22
Destillationsdauer [Min]	116	114	149	137	130	126	132
Siedetemperatur [°C]	-	76	79	79	-	-	-
Heizbadtemperatur [°C]	100	100	100	100	60	60	60
Siededruck [mbar]	21	23	22	22	0,9	0,9	0,9
Endtemperatur [°C]	175	165	165	175	145	145	150
Enddruck [mbar]	6	5	6	6	0,5	0,5	0,7
Restlösemittelgehalt [%]	0,61	1,08	0,96	1,51	0,49	0,53	0,47

Das Ziel des Vorhabens wurde erreicht.

Inhaltsverzeichnis

1	Aufgabenstellung	4
2	Bearbeitung der Arbeitspakete 1-21 (HSA)	5
2.1	Verwendung der Zuwendung (HSA).....	5
2.2	Erzielte Ergebnisse (HSA).....	5
3	Bearbeitung der Arbeitspakete 1 bis 10 (GMBU e. V.)	18
3.1	Verwendung der Zuwendung (GMBU e. V.)	18
3.2	Erzielte Ergebnisse (GMBU e. V.).....	18
4	Darstellung des wissenschaftlich-technischen und wirtschaftlichen Nutzens der erzielten Ergebnisse insbesondere für KMU sowie ihres innovativen Beitrags und ihrer industriellen Anwendungsmöglichkeiten.....	26
5	Zusammenstellung aller Arbeiten, die im Zusammenhang mit dem Vorhaben veröffentlicht wurden oder in Kürze veröffentlicht werden sollen	26
6	Angaben über gewerbliche Schutzrechte, sofern sie erworben wurden oder ihre Anmeldung beabsichtigt ist (detaillierte Regelungen zu Schutzrechten sind den jeweiligen Zuwendungsbescheiden bzw. Weiterleitungsverträgen zu entnehmen)	26
7	Einschätzung zur Realisierbarkeit des vorgeschlagenen und aktualisierten Transferkonzepts	27
	Anlage 1: Entwurf einer modifizierten Prüfvorschrift für Asphalt.....	29

1 Aufgabenstellung

Die Anforderungen an Asphalt im Straßenbau sind in den Zusätzlichen Technischen Vertragsbedingungen und Richtlinien (ZTV Asphalt-STB und ZTVT-StB) festgeschrieben. Voraussetzung für Qualitätskontrollen von Asphaltgemischen ist die Durchführung von Asphaltextraktionen mit Hilfe von organischen Lösemitteln. Für diese Methode wird derzeit überwiegend Trichlorethen (Tri) als Lösemittel verwendet. In der Regel erfolgt die Extraktion automatisch mit Extraktionsapparaten (Asphaltextraktor, Asphaltanalysator). Dabei treten trotz des weitgehend geschlossenen Lösemittelkreislaufes Lösemittelverluste auf, die in die Umwelt entweichen können. Tri wurde 2001 aus der Kategorie 3 „krebserregend“ (Verdacht auf krebserregende Wirkung) in die Kategorie 2 „krebserzeugend“ (kann Krebs erzeugen) neu eingestuft. Es ist daher notwendig, Tri als Lösemittel durch andere, weniger gesundheitsschädigende Lösemittel zu ersetzen.

Im Rahmen von Forschungsprojekten an der Hochschule Anhalt, Dessau wurde bereits nachgewiesen, dass eine Asphaltextraktion unter Verwendung von alternativen Lösemitteln aus nachwachsenden Rohstoffen, z. B. Pflanzenölester möglich ist. Die Prüfgenaugigkeit ist vergleichbar mit den Ergebnissen von Extraktionen mit Tri. Für die Extraktion mit Pflanzenölester ist jedoch ein modifizierter Asphaltanalysator erforderlich, da die bisher üblichen Elastomerdichtungen bei Einsatz der neuen Lösemittel nur eine sehr begrenzte Beständigkeit aufweisen und keinen sicheren Betrieb gewährleisten.

Lösungsmittel aus nachwachsenden Rohstoffen:

- Pflanzenölester sind ungiftig,
- sind leicht biologisch abbaubar,
- besitzen in der Regel einen hohen Flammpunkt und
- sind keine leichtflüchtigen organischen Verbindungen.
- Sie stellen eine echte Alternative zu dem LM Trichlorethylen (Tri) dar.

Besonders geeignet sind Pflanzenölester mit einem Siedepunkt unter 200 °C, wie z. B. Capronsäuremethylester und Caprylsäuremethylester (Methylcaprylat).

Bei Verwendung dieser alternativen Lösemittel besteht das technische Problem jedoch aufgrund des im Vergleich zu Tri relativ hohen Siedepunktes darin, dass die vollständig lösemittelfreie Rückgewinnung des bituminösen Bindemittels und damit die Bestimmung der Bindemittleigenschaften nach Extraktion mit den bisher üblichen Rotationsverdampfern nicht möglich ist.

Die Aufgabenstellung besteht daher darin, ein Verfahren zur Bindemittelrückgewinnung nach Asphaltextraktion analog zu dem Verfahren nach DIN EN 12697-3:2000 zu entwickeln, mit der die Rückgewinnung des mit Pflanzenölester gelösten Bitumens möglich ist, wobei die Bitumeneigenschaften durch diesen Rückgewinnungsprozess möglichst wenig verfälscht werden dürfen.

2 Bearbeitung der Arbeitspakete 1-21 (HSA)

2.1 Verwendung der Zuwendung (HSA)

- Durchgeführte Arbeiten
 - Literatur und Patentrecherche
 - Evaluierung und Optimierung eines geeigneten Pflanzenölesters als Lösemittel für die Bindemittelrückgewinnung
 - Erarbeitung einer Konzeption für das Bindemittelrückgewinnungsverfahren
 - Herstellen von Bindemittellösungen unter Verwendung unterschiedlicher Bitumensorten.
 - Durchführung von Destillationen unter Verwendung neuer Vakuumtechnik (Labor-Vakuum-Systems LVS 610 T)
 - Erstellen von Siedepunktkurven
 - Bestimmung des Restlösemittelgehaltes im zurückgewonnenen Bitumen
 - Analyse der Destillationsergebnisse
 - Herstellung von Bindemittellösungen unter Verwendung unterschiedlicher Bitumensorten
 - Durchführung von Destillationsversuchen mit unterschiedlichen Bitumenkonzentrationen unter Verwendung der neuen Vakuumtechnik (Labor-Vakuum-System PC3/RZ6)
 - Durchführung von Destillationen zur Feststellung der jeweiligen Siedebereiche. Bestimmung der optimalen Siedetemperatur der Bindemittellösung
 - Festlegung des maximalen Siedebereiches und Optimierung der Destillationsparameter
 - Überprüfung der Bitumeneigenschaften am zurückgewonnenen Bitumen
 - Vergleich eingesetzte Vakuumtechnik
 - Erarbeitung Entwurf einer modifizierten Prüfvorschrift
 - Auswertung der gesammelten Daten; Auswertung der Vergleichsergebnisse unter Verwendung des Lösungsmittels Trichlorethylen
 - Erarbeitung Abschlussbericht
- Dazu benötigt und eingesetzt:
 - wissenschaftlich-technisches Personal
 - 1 Angestellter mit abgeschlossener wiss. Universitätsausbildung für 27 Monate
 - 1 Angestellter mit abgeschlossener Fachhochschulausbildung für 13,5 Monate
 - Geräte (Einzelansatz B des Finanzierungsplans)
 - 1 Vorvakuum-Pumpstand
 - 1 Vakuumdestilliersystem

2.2 Erzielte Ergebnisse (HSA)

Die Bindemittelrückgewinnung wurde in Anlehnung an DIN EN 12697-3 sowie TP Asphalt-StB Teil 03 durchgeführt. Als Lösungsmittel fand Caprylsäuremethylester Verwendung. Die Durchführung von Destillationen erfolgte unter Anwendung von verbesserter Vakuumtechnik. Es wurden das Labor-Vakuum-Systems LVS 610 T sowie das Labor-Vakuum-System PC3/RZ6 getestet.

Labor-Vakuumsystem LVS 610

Das Labor-Vakuumsystem besteht aus Membranpumpe MPC 601 Tp-LVS, Emissionskondensator, Abscheider, Vakuum Controller mit Sensor, Belüftungsventil und Netzteil (Bild 1).

Nach dem vollständigen Abdestillieren des LM erfolgte die Bestimmung der Bitumeneigenschaften. Es zeigte sich, dass Caprylsäuremethylester hinsichtlich Siedeverhalten und Lösevermögen gegenüber Bitumen die optimalen Voraussetzungen für die Asphaltextraktion inklusive Rückgewinnung des Lösungsmittels besitzt.

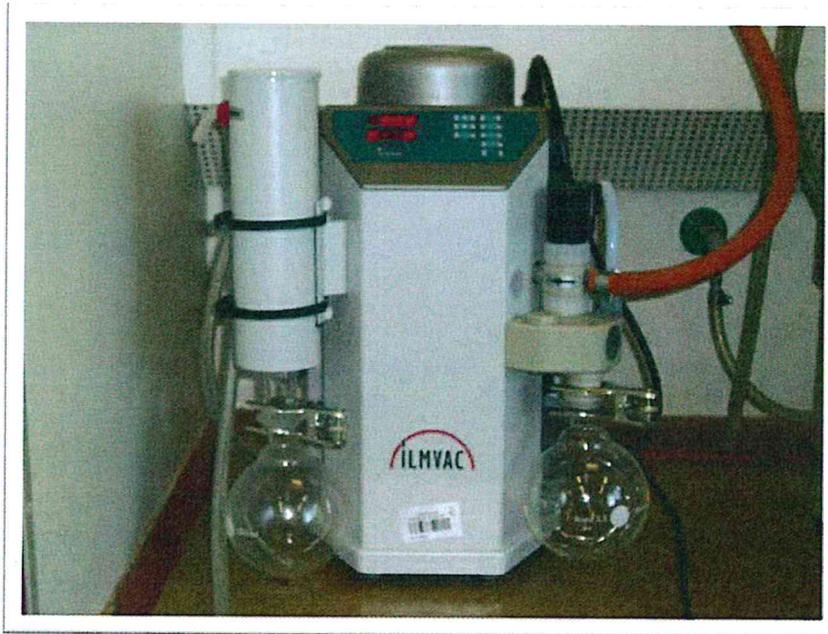


Bild 1: Labor-Vakuumsystems LVS 610 T der Firma Iilmvac.

Die Bitumensorten 160/220, 50/70, 20/30, 25/55-55A sowie 40/100-65 A wurden untersucht. Für die Destillationsversuche wurden 5%ige und 10%ige Bindemittellösungen (BML) unter Verwendung von Caprylsäuremethylester hergestellt.

Zusätzlich wurden für polymermodifiziertes Bitumen 20%ige Bindemittellösungen hergestellt, da ergänzend die Bitumeneigenschaft „Elastische Rückstellung“ geprüft wurde.

Die ermittelten Destillationsverläufe unter Verwendung des Labor-Vakuumsystems LVS 610 T wurden anhand von Siedepunktskurven analysiert.

Folgende Destillationsparameter wurden ermittelt:

Prozessdaten zum Destillationsanfang

Heizbadtemperatur $\geq 25^{\circ}\text{C}$ und $< 100^{\circ}\text{C}$

Anfangsvakuum: 37 mbar

Prozessdaten zum Destillationsbeginn

Heizbadtemperatur: 100°C

Siedetemperatur: 78°C bis 81°C

Siededruck = 22 mbar

Arbeitsbereich Siededruck > 18 mbar < 22 mbar während der Destillation

Prozessdaten 2. Destillationsphase

Heizbadtemperatur: stetiges Ansteigen der Temperatur von 100°C bis 175°C

Siededruck: 5 bis 6 mbar

Gesamtdestillationsdauer ca. 120 bis 140 min:

davon 20 – 35 min bis zum Siedebeginn

60 - 80 min Destillationsdauer 1. Phase

30 - 35 min Destillationsdauer 2. Phase

Die Siedepunkterhöhung der Bitumenlösung gegenüber dem reinen Lösemittel beträgt 4°C .

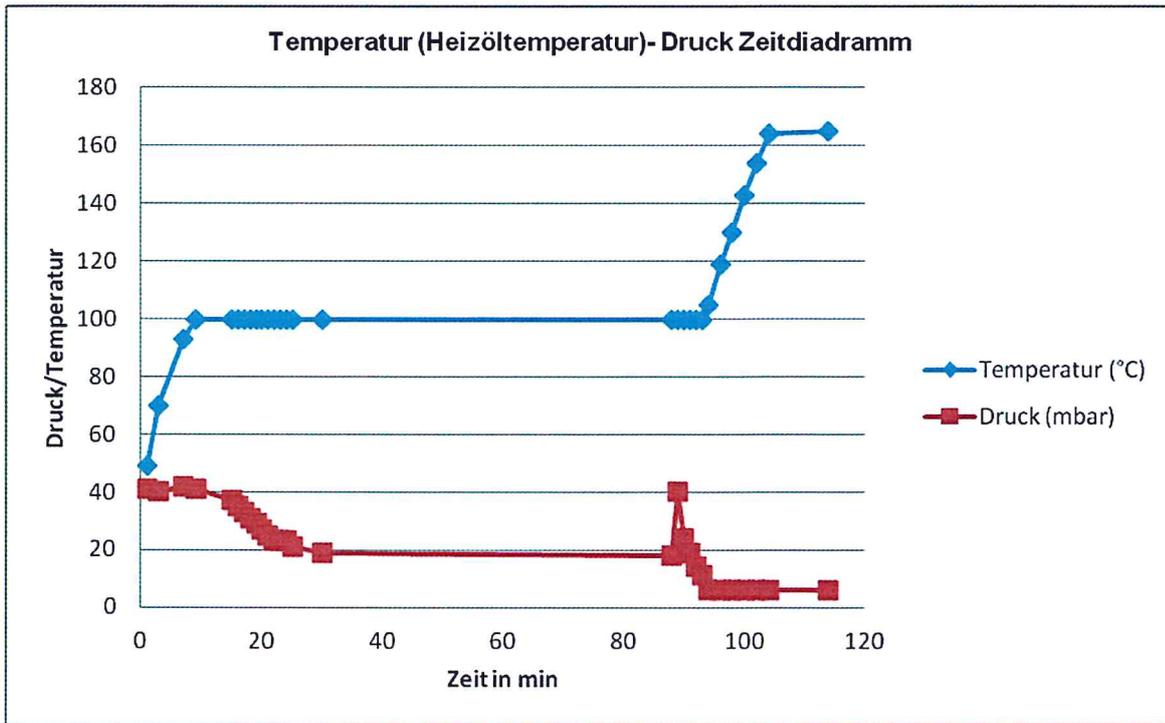


Diagramm 1: Temperatur-Druck-Zeitdiagramm einer Bindemittellösung auf Basis 20/30

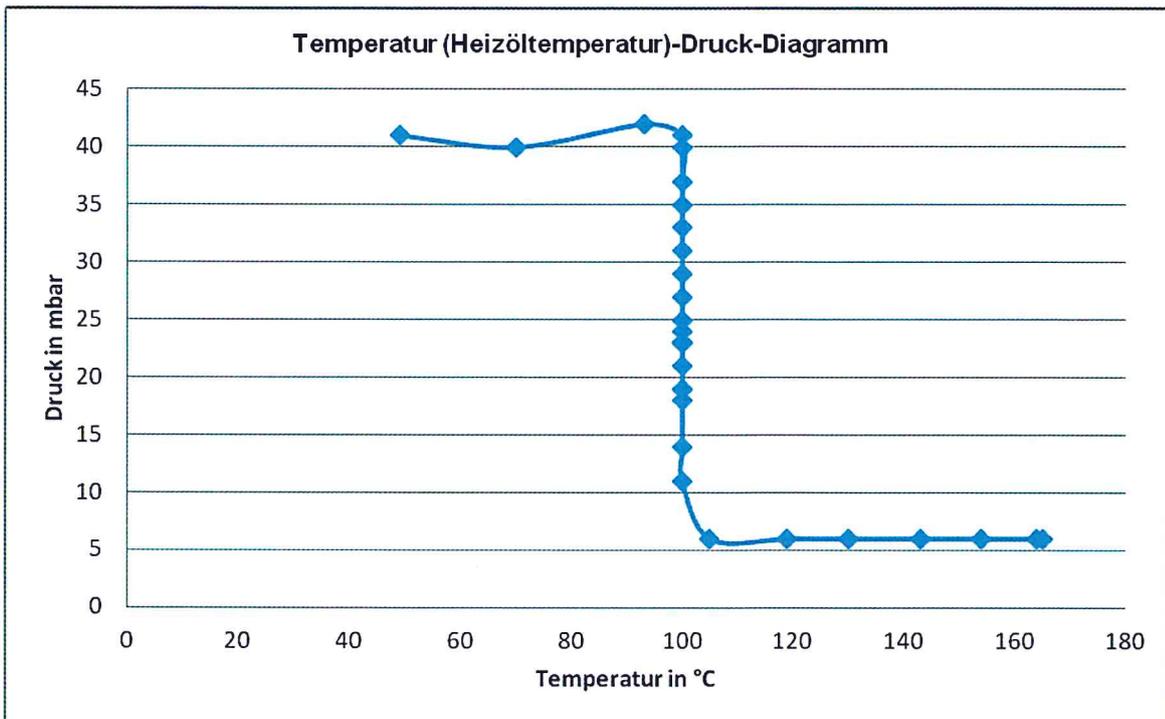


Diagramm 2: Temperatur-Druck-Diagramm einer Bindemittellösung auf Basis 20/30

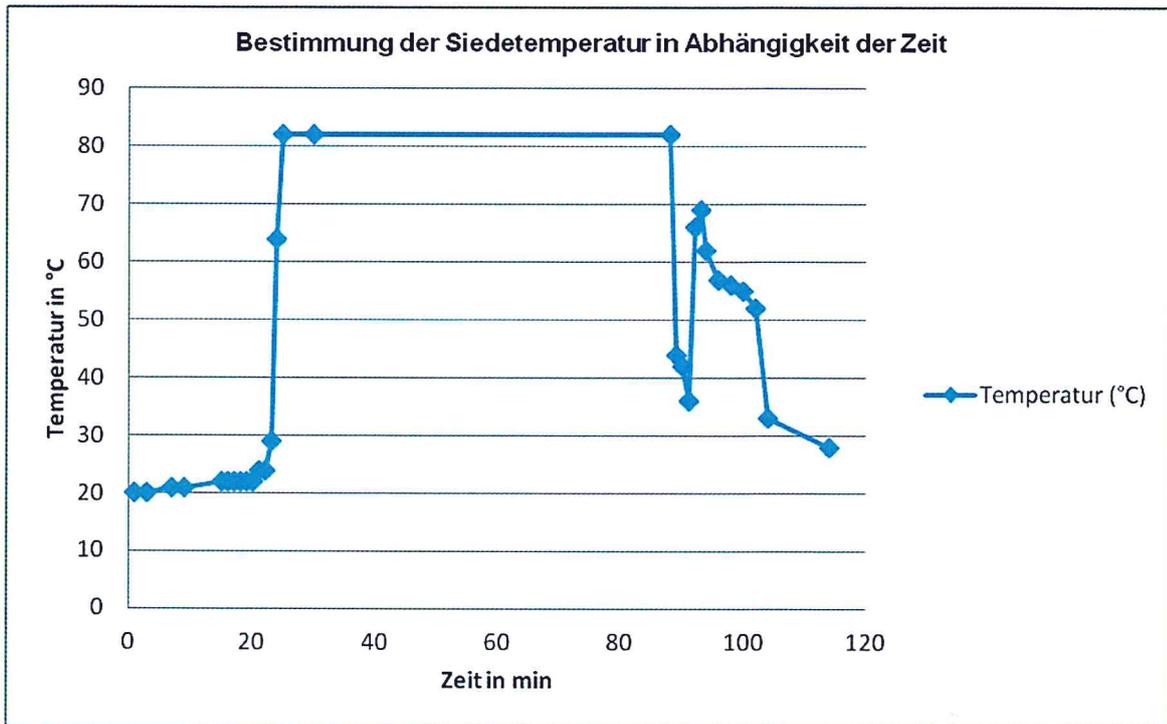


Diagramm 3: Siedetemperatur-Zeitdiagramm einer Bindemittellösung auf Basis 20/30

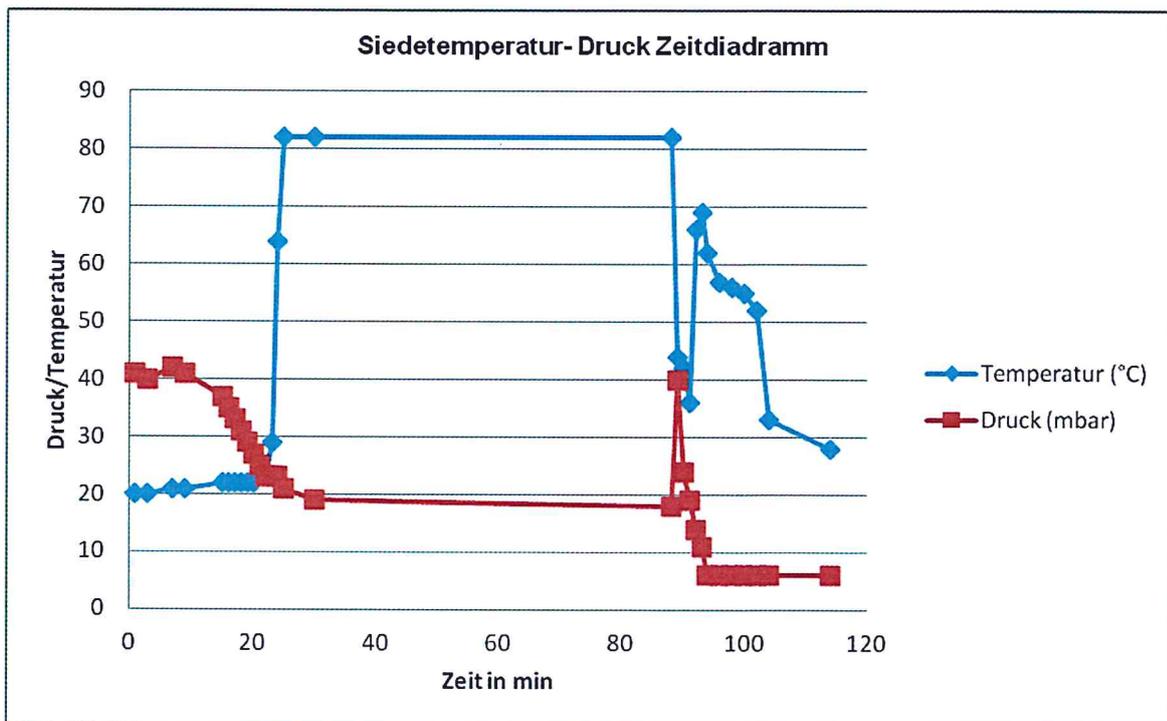


Diagramm 4: Siedetemperatur-Druckdiagramm einer Bindemittellösung auf Basis 20/30

Analyse der Destillationsergebnisse

Die Ölbadtemperatur zum Siedebeginn beträgt 100 °C, die Siedetemperatur liegt zwischen 78 °C und 81 °C, der dazugehörige Siededruck beträgt 22 mbar. Diagramm 5 zeigt die Siedetemperatur und den zugehörigen Siededruck der Bitumensorten 25/55-55A sowie der Bitumensorte 40/100-65A.

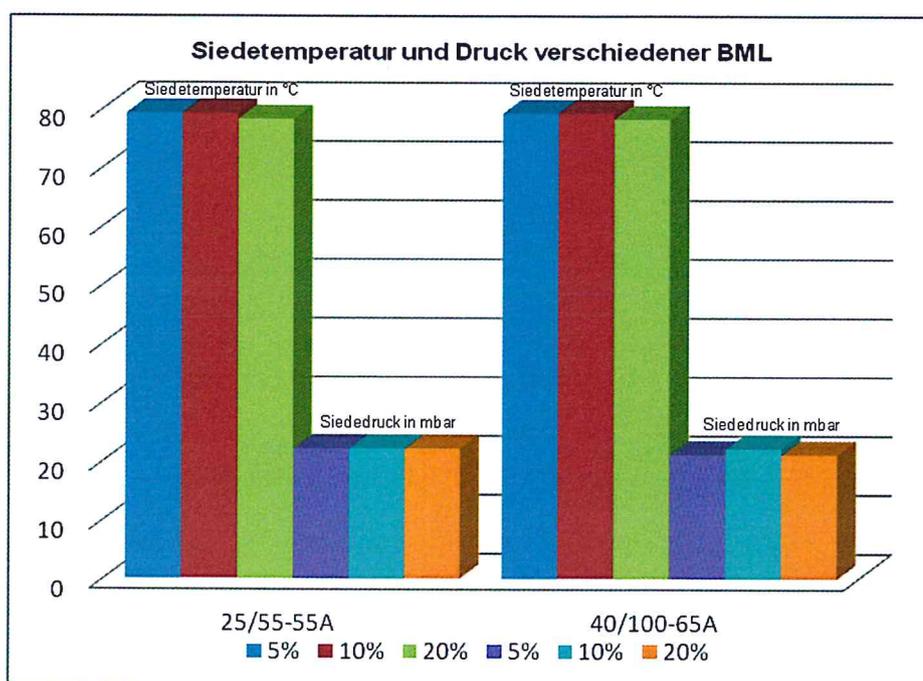


Diagramm 5: Darstellung Siedetemperatur und Siededruck verschiedener Bindemittellösungen unterschiedlicher Konzentration

Der zulässige Arbeitsbereich für die Destillation wird durch zwei Kennwerte begrenzt. Die obere Grenze bildet der Druck, bei dem der Siedevorgang einsetzt (Siededruck). Oberhalb dieses Druckes findet kein Siedevorgang statt. Die untere Grenze bildet der Druck, bei dem der Kühlmechanismus vollständig ausgelastet wird. Eine weitere Druckabsenkung führt zur Emission, da der Dampf nicht mehr vollständig kondensieren kann. In den vorliegenden Fällen liegt der Arbeitsbereich für den Siededruck zwischen 22 mbar und 18 mbar während der 1. Destillationsphase. Während der 2. Destillationsphase wird die Temperatur bis auf 175 °C erhöht und 10 min gehalten. Der niedrigste Enddruck stellt sich unter Verwendung der Funktion p_{\min} des Vakuumsystems auf 4 mbar ein.

Bestimmung des Restlösemittelgehaltes im zurückgewonnenen Bitumen

Nach Destillation unter Verwendung der bisherigen Vakuumtechnik (d. h. Nutzung einer Membranpumpe mit Enddruck 8 mbar) wurde der Restlösemittelgehalt im Bereich zwischen 5 % und 7 % festgestellt.

Tabelle 2: Restlösemittelgehalt der Bitumensorte 25/55-55A unterschiedlicher Konzentrationen.

	Restlösemittel (g)			Restlösemittel (%)		
	5%	10%	20%	5%	10%	20%
	0,40	0,40	0,50	1,57	0,79	0,50
	0,40	0,60	0,90	1,56	1,16	0,88
	0,50	0,50	0,40	1,95	0,99	0,40
	0,50	0,50	0,40	1,92	0,98	0,39
	0,60	0,50	0,50	2,30	0,98	0,50
	0,60	0,50	0,40	2,32	0,97	0,39
	0,50	0,50	0,50	1,92	0,98	0,50
	0,60	0,50	0,40	2,32	0,95	0,39
	0,40	0,50	0,40	1,54	0,98	0,40
	0,50	0,40	0,30	1,95	0,79	0,30
MW	0,50	0,49	0,47	1,93	0,96	0,46

Unter Verwendung des neuen Laborvakuumsystems konnte das Lösungsmittel Caprylsäuremethylester fast vollständig abdestilliert werden. Der Restlösemittelgehalt in g unter Berücksichtigung aller verwendeten Bitumensorten verschiedener Konzentrationen lag zwischen 0,4 und 0,8 g. Der Restlösemittelgehalt in % nach der Destillation schwankte zwischen 0,5 und 2,7 %.

Deutlich zu erkennen ist die Abnahme des Restlösemittelgehaltes mit Zunahme der Bindemittelkonzentration. Eine Einengung der Bindemittellösung schon im Analysator ist daher vorteilhaft.

Überprüfung der Bitumeneigenschaften am zurückgewonnenen Bitumen

Das nach der Destillation der Bindemittellösung zurückgewonnene Bitumen wurde hinsichtlich Erweichungspunkt Ring und Kugel (EN 1427) und Brechpunkt nach Fraaß (EN12593) untersucht. Die ermittelten Bitumeneigenschaften am zurückgewonnenen Bitumen wurden mit den Bitumeneigenschaften des Ausgangsbitumens verglichen. Die Erweichungspunkte Ring und Kugel nach der Destillation liegen innerhalb der Häufigkeitsverteilung der Werte des Ausgangsbitumens. Die Mittelwerte des Erweichungspunktes des geprüften Bitumens liegen innerhalb der Wiederholpräzision des Verfahrens. Die Mittelwerte des Brechpunktes nach Fraaß des geprüften Bitumens liegen ebenfalls innerhalb der Wiederholpräzision des Verfahrens.

Es konnte festgestellt werden, dass die Bitumeneigenschaften des zurückgewonnenen Bitumens sehr gut mit den Werten des Ausgangsbitumens übereinstimmen (siehe Diagramme 6; 7).

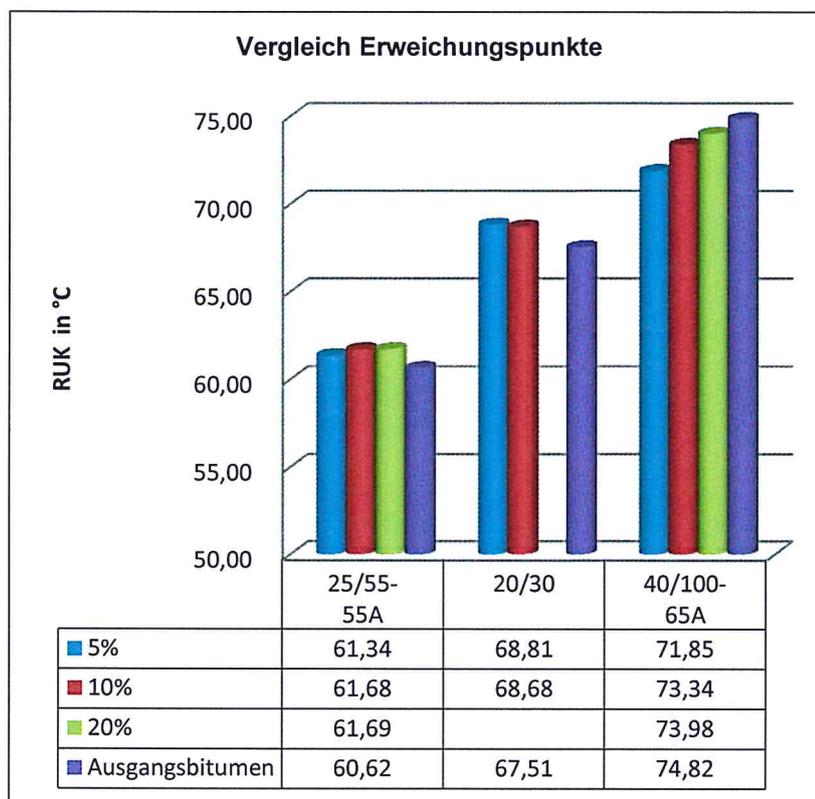


Diagramm 6: Vergleich RUK Werte zum Ausgangsbitumen

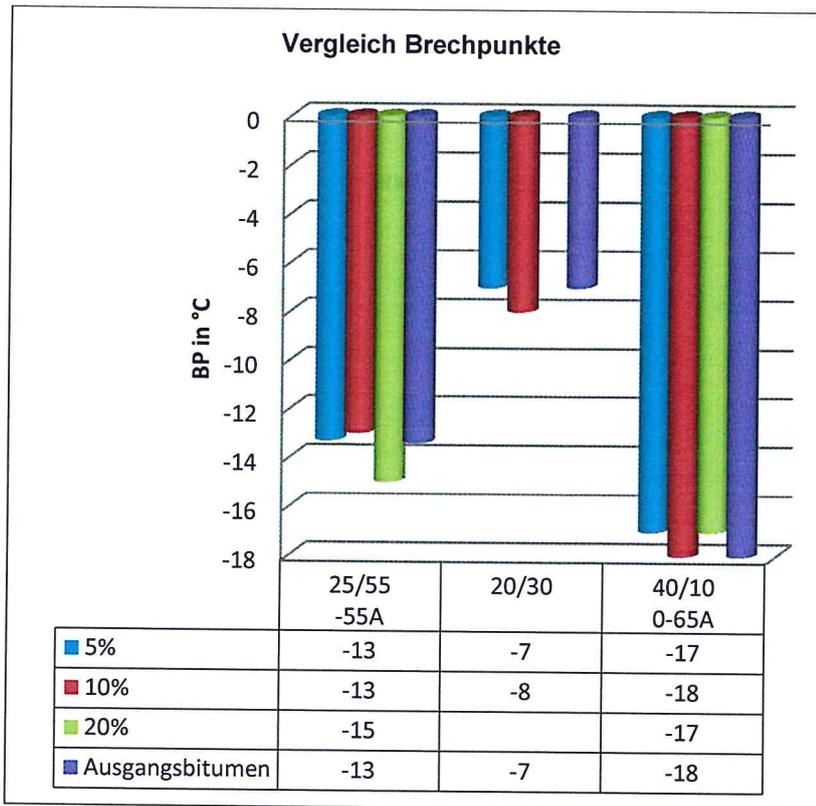


Diagramm 7: Vergleich BP Werte zum Ausgangsbitumen

Labor-Vakuu-System PC3/RZ6

Des Weiteren wurden die Bitumensorten 160/220, 50/70, 20/30, 25/55-55A sowie 40/100-65 A unter Verwendung des Labor-Vakuu-Systems PC3/RZ6 der Firma Vacubrand untersucht. Der Enddruck ist mit $2 \cdot 10^{-3}$ mbar angegeben. Das Labor-Vakuu-System besteht aus Drehschieberpumpe RZ6, Kühlfalle, Vakuum Controller CVC 3000, Vakuumsensor VSP 3000 und Elektromagnetisches Saugleitungsventil.

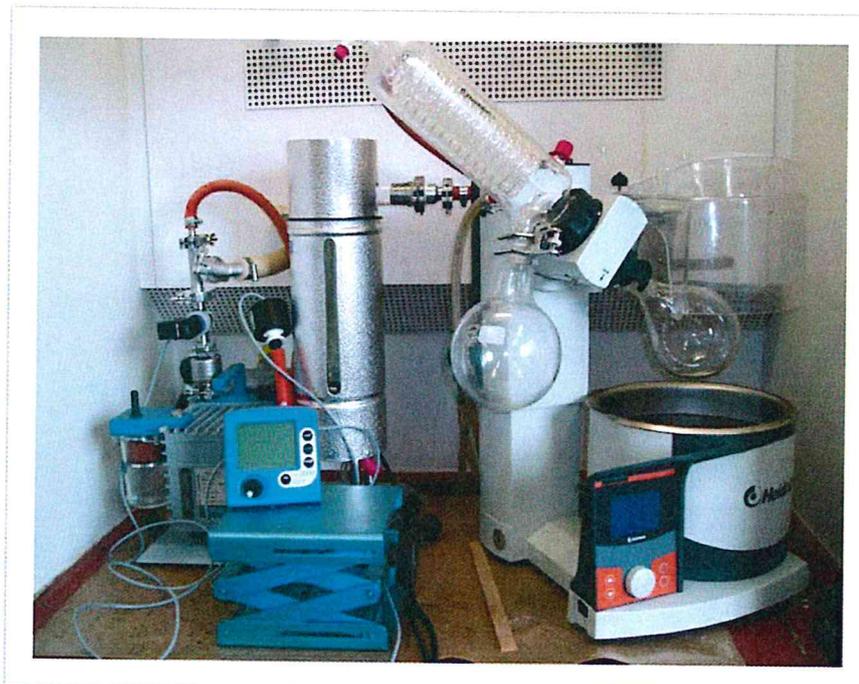


Bild 2: Labor-Vakuu-Systems PC3/RZ6

Für die Destillationsversuche wurden 5%ige und 10%ige Bindemittellösungen (BML) unter Verwendung von Caprylsäuremethylester hergestellt. Zusätzlich wurden auch bei diesem System für polymer-modifiziertes Bitumen 20%ige Bindemittellösungen hergestellt, um eine höhere Bindemittellausbeute für die Bestimmung der Bitumeneigenschaft „Elastische Rückstellung“ zu erhalten. Die ermittelten Destillationsverläufe wurden anhand von Siedepunktskurven analysiert.

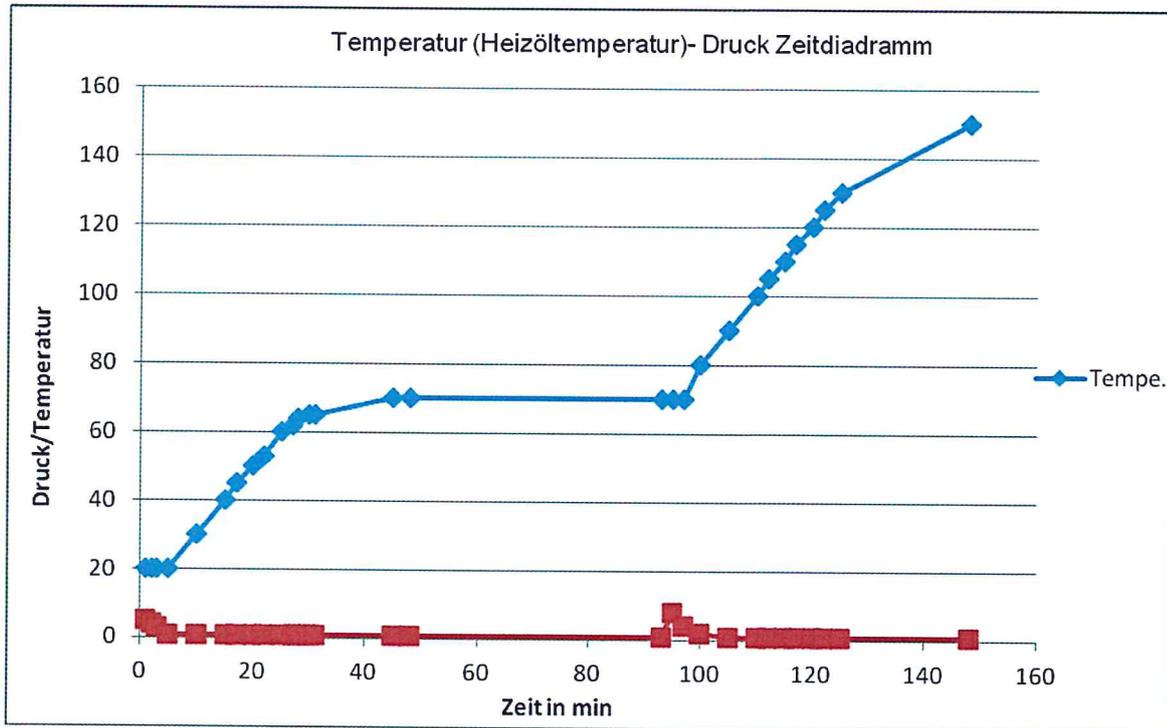


Diagramm 8: Temperatur-Druck-Zeitdiagramm einer Bindemittellösung auf Basis 160/220

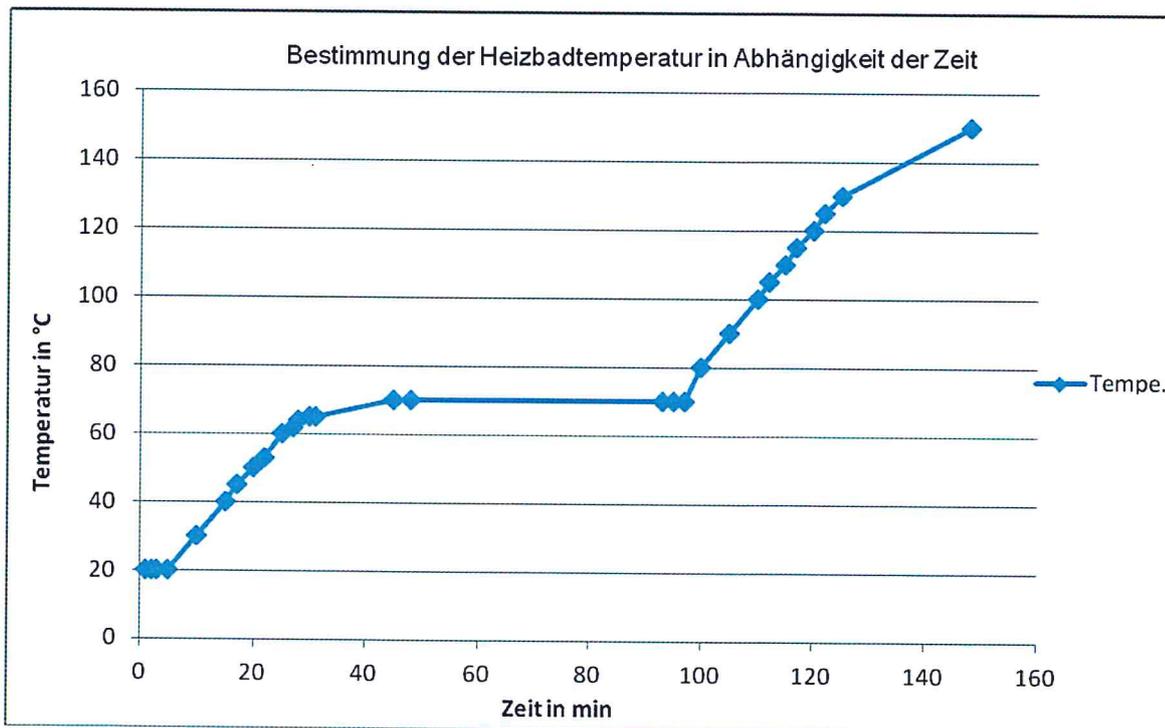


Diagramm 9: Temperatur-Zeitdiagramm einer Bindemittellösung auf Basis 160/220

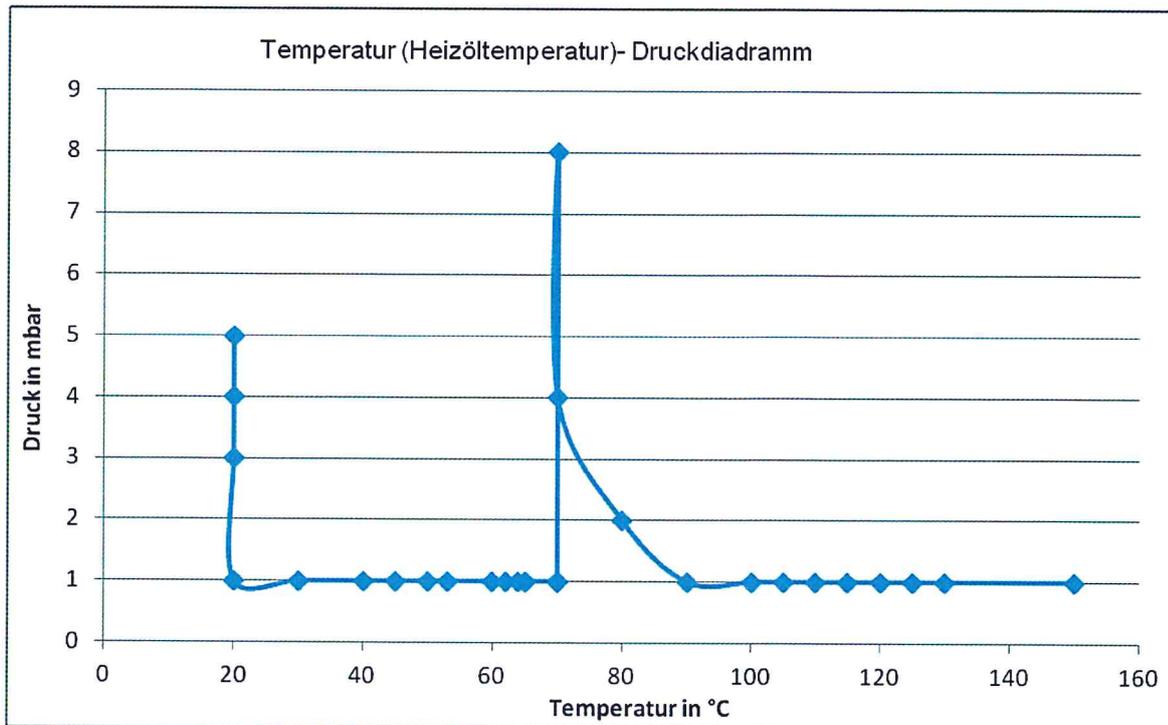


Diagramm 10: Temperatur-Druck-Diagramm einer Bindemittellösung auf Basis 160/220

Ermittelte Destillationsparameter unter Verwendung Labor-Systems PC3/RZ6

Prozessdaten zum Destillationsanfang

Heizbadtemperatur $\geq 25^{\circ}\text{C} < 35^{\circ}\text{C}$

Anfangsvakuum = 5 mbar

Prozessdaten zum Destillationsbeginn

Heizbadtemperatur = 60°C

Siededruck = 0,9 mbar

Prozessdaten 2. Destillationsphase

Heizbadtemperatur: stetiges Ansteigen der Temperatur von 60°C bis 155°C

Siededruck: 0,9-0,5mbar

Destillationsdauer ca. 120 bis 140 min:

davon 20-35 min bis zum Siedebeginn

40-50 min Destillationsdauer 1. Phase

60-70 min Destillationsdauer 2. Phase

Die ermittelten Bitumeneigenschaften am zurückgewonnenen Bitumen wurden mit den Bitumeneigenschaften des Ausgangsbitumens verglichen. Die Erweichungspunkte Ring und Kugel nach der Destillation liegen innerhalb der Häufigkeitsverteilung der Werte des Ausgangsbitumens. Die Mittelwerte des Erweichungspunktes des geprüften Bitumens liegen innerhalb der Wiederholpräzision des Verfahrens. Die Mittelwerte des Brechpunktes nach Fraaß des geprüften Bitumens liegen ebenfalls innerhalb der Wiederholpräzision des Verfahrens.

Es konnte festgestellt werden, dass die Bitumeneigenschaften des zurückgewonnenen Bitumens sehr gut mit den Werten des Ausgangsbitumens übereinstimmen.

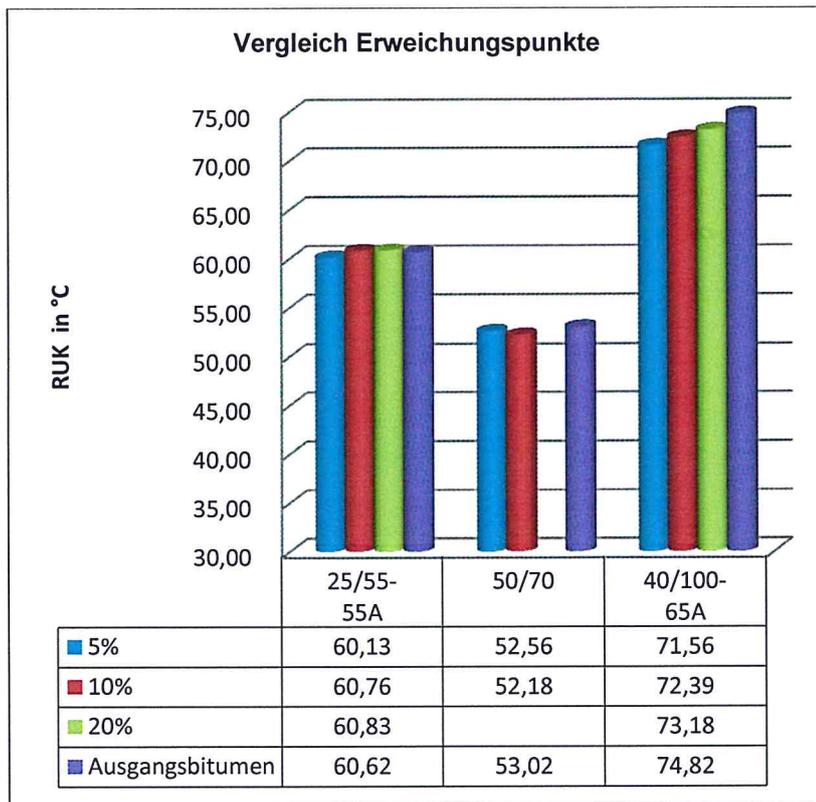


Diagramm 11: Vergleich RUK Werte zum Ausgangsbitumen

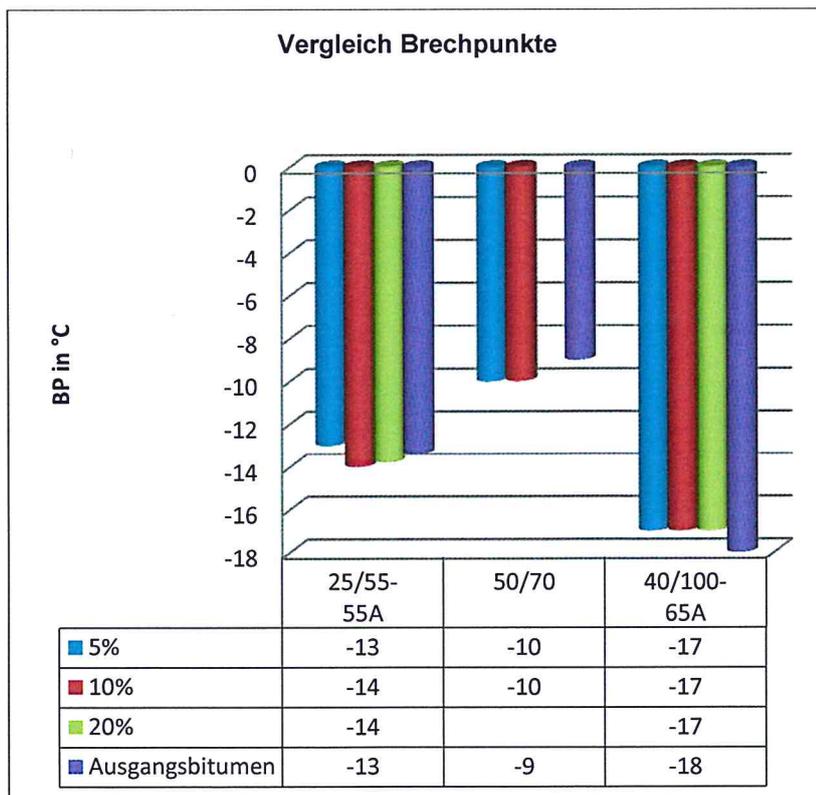


Diagramm 12: Vergleich BP Werte zum Ausgangsbitumen

Das nach der Destillation zurückgewonnene Bitumen 40/100-65A und 25/55-55A wurde hinsichtlich der elastischen Rückstellung nach DIN EN 13398 (RE) untersucht. Diagramm 13 zeigt die RE vom zurückgewonnenen Bitumen im Vergleich zum Ausgangsbitumen. Die Mittelwerte (RE) der geprüften Bitumen stimmen sehr gut mit den Werten des Ausgangsbitumens überein.

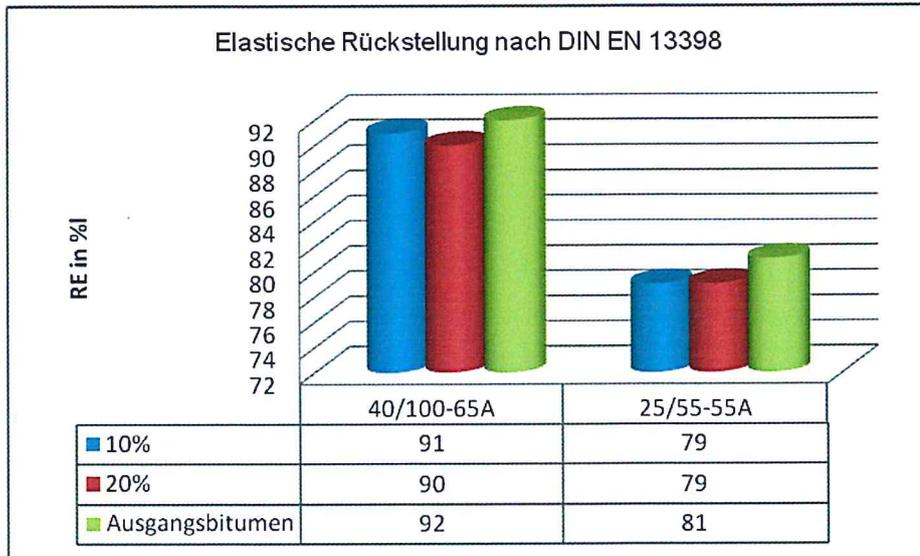


Diagramm 13: Vergleich RE Werte zum Ausgangsbitumen

Vergleich der eingesetzten Vakuumtechnik

Membranpumpe

- ✓ Bindemittelrückgewinnung erfolgreich durchführbar
- ✓ kostengünstiger
- ✓ Gefahr Siedeverzug
- ✓ Destillationsbeginn bei höheren Temperaturen
- ✓ Destillationsende bei höheren Temperaturen

Drehschieberpumpe

- ✓ Bindemittelrückgewinnung erfolgreich durchführbar
- ✓ kostenaufwendiger
- ✓ Gefahr Siedeverzug auch während der 2. Destillationsphase
- ✓ Destillationsbeginn bei niedrigeren Temperaturen
- ✓ Destillationsende bei niedrigen Temperaturen

Die Destillationsergebnisse zeigten, dass es möglich ist, sowohl mit der Membranpumpe als auch mit der Drehschieberpumpe die Bindemittelrückgewinnung erfolgreich durchzuführen.

Zur Durchführung der Bindemittelrückgewinnung wird die kostengünstigere Variante unter Verwendung des **Labor-Vakuum-Systems LVS 610 T** favorisiert, da hier aufgrund des höheren Enddruckes im Vergleich zur Drehschieberpumpe die Gefahr des Siedeverzuges geringer ausfällt.

Vergleichsuntersuchungen mit Trichlorethylen

Die erforderlichen Vergleichsuntersuchungen mit TRI (Herstellung der Bitumenlösungen mit gleichen Bitumengehalten wie an der HS Anhalt, Destillationen und Bestimmung der Bindemittelleigenschaften) wurden von der BGI-Brambach GmbH Halle durchgeführt. Die am zurückgewonnenen Bitumen ermittelten Erweichungspunkte Ring und Kugel stimmen sowohl bei Verwendung des LM Tri als auch bei Verwendung des LM Caprylsäuremethylester sehr gut mit denen am Ausgangsbitumen ermittelten Erweichungspunkten überein (siehe Beispiel in Tabelle 3). Die Abweichungen liegen innerhalb der zulässigen Toleranzen.

Damit ist der Nachweis erbracht, dass das LM Caprylsäuremethylester zur Bestimmung des Erweichungspunktes am zurückgewonnenen Bitumen anstelle des LM TRI eingesetzt werden kann.

Tabelle 3: Vergleich Erweichungspunkt, *C8 (grob): Verwendung Caprylsäuremethylester im Grobvakuum, *C8 (fein): Verwendung Caprylsäuremethylester im Feinvakuum

Probe	Erweichungspunkte von Bindemittellösungen 50/70						Ausgangsbitumen	
	Konzentration 5%			Konzentration 10%			C8	Tri
	Tri	C8 (grob)	C8 (fein)	Tri	C8 (grob)	C8 (fein)		
1	52,20	52,95	52,90	52,40	54,35	52,50	53,80	51,80
2	52,00	54,35	52,50	52,40	52,45	52,50	53,45	51,80
3	52,60	52,15	52,90	52,40	52,70	52,75	51,60	52,40
4	52,60	51,95	52,60	52,20	53,05	52,00	52,30	52,70
5	52,80	52,70	52,70	52,20	53,20	52,00	53,35	
6	53,00	52,10	52,80	52,40	52,95	52,75	52,65	
7	52,60	53,10	52,85	52,20	53,05	52,20	52,85	
8	52,80	53,20	52,30	52,40	53,80	51,80	54,10	
9	52,20	52,20	52,10	52,60	54,00	52,05	53,50	
10	53,20	52,60	51,90	52,40	52,60	51,20	52,60	
MW	52,60	52,73	52,56	52,36	53,22	52,18	53,02	52,18

Analog gilt dies auch für den Nachweis des Brechpunktes (siehe Beispiel in Tabelle 4). Auffällig hierbei ist jedoch der Unterschied zwischen den beiden Prüflaboratorien, der sowohl das Ausgangsbitumen als auch das zurückgewonnene Bitumen betrifft. Am Ausgangsbitumen müsste in beiden Prüfstellen der gleiche Brechpunkt ermittelt werden. Der hier festgestellte Unterschied bestätigt grundsätzlich die bekannt große Abweichung bei der Bestimmung des Brechpunktes in verschiedenen Prüflaboratorien. Innerhalb eines Laboratoriums besteht jedoch eine gute Übereinstimmung des Brechpunktes am Ausgangsbitumen und am zurückgewonnenen Bitumen, unabhängig von der Art des Lösemittels. Damit ist der Nachweis erbracht, dass das LM Caprylsäuremethylester auch zur Bestimmung des Brechpunktes am zurückgewonnenen Bitumen anstelle des LM Tri eingesetzt werden kann.

Anhand der ermittelten Analyseergebnisse konnte nachgewiesen werden, dass die Bindemittelnrückgewinnung mit den im Rahmen des Forschungsprojektes für das neue Lösemittel Caprylsäuremethylester ermittelten optimalen Destillationsparametern erfolgreich durchgeführt werden kann.

Der Entwurf einer modifizierten Prüfvorschrift für die Bindemittelnrückgewinnung wurde in Anlehnung an DIN EN 12697-3 sowie TP Asphalt-STB Teil 3 erstellt (siehe Anlage 1).

Tabelle 4: Vergleich Brechpunkte, C8 (grob): Verwendung Caprylsäuremethylester im Grobvakuum, *C8 (fein): Verwendung Caprylsäuremethylester im Feinvakuum

Probe	Brechpunkt nach Fraaß von Bindemittellösung 50/70						Ausgangsbitumen	
	Konzentration 5%			Konzentration 10%			C8	Tri
	Tri	C8 (grob)	C8 (fein)	Tri	C8 (grob)	C8 (fein)		
1	-14	-9	-10	-12	-12	-11	-11	-11
2	-12	-13	-9	-13	-11	-10	-7	-13
3	-14	-9	-10	-14	-9	-10	-9	-12
4	-11	-13	-10	-12	-9	-9	-8	-14
5	-11	-11	-10	-12	-10	-10	-9	
6	-11	-7	-9	-13	-7	-10	-7	
7	-13	-9	-9	-13	-7	-10	-9	
8	-12	-11	-10	-14	-8	-11	-9	
9	-12	-9	-9	-12	-9	-10	-7	
10	-13	-9	-10	-13	-9	-10	-9	
MW	-12	-10	-10	-13	-9	-10	-9	-13

3 Bearbeitung der Arbeitspakete 1 bis 10 (GMBU e. V.)

3.1 Verwendung der Zuwendung (GMBU e. V.)

- Durchgeführte Arbeiten:
 - Literatur- und Patentrecherche
 - Auswahl geeigneter Analysemethoden zur Bewertung der Qualität des Destillats
 - Auswahl geeigneter Messtechnik für das Steuer- und Regelsystem
 - Erprobung der Mess- und Regeltechnik, Festlegung des Toleranzbereichs
 - Beurteilung des Einflusses von Störgrößen
 - Entwicklung der Struktur der Software
 - Festlegung der Prozessparameter und Umsetzung in das Steuer- und Regelsystem
 - Einbringung der Mess- und Regeltechnik in das Hard- und Softwaresystem
 - Entwicklung der Protokollierung für verschiedene Bitumenlösungen und Dokumentation der Ergebnisse
- Dazu benötigt und eingesetzt:
 - wissenschaftlich-technisches Personal
 - A1 FSt.2: 1,25 Monate, Mitarbeiter 1
 - A1 FSt.2: 6,45 Monate, Mitarbeiter 2
 - A1 FSt.2: 6,30 Monate, Mitarbeiter 3
 - Geräte nicht geplant
 - Leistungen Dritter nicht geplant

3.2 Erzielte Ergebnisse (GMBU e. V.)

Analyse der Destillate

Als Analysemethoden zur Bewertung der Qualität des Destillats wurden die UV-Vis-Spektrometrie und die GC-Analyse angewandt. Untersucht wurden verschiedene, vom Projektpartner zur Verfügung gestellte Destillate:

- Gesamtdestillate aus 5%iger Bindemittellösung,
- Gesamtdestillate aus 10%iger Bindemittellösung,
- erstes Destillat (Abdestillieren) aus 10%iger Bindemittellösung und
- zweites Destillat (Einengen) aus 10%iger Bindemittellösung.

Die untersuchten Proben zeigten keine Verunreinigung durch Bitumen.

Als weitere Analysemethode wurde die Gaschromatografie verwendet.

Bitumenrückstände wurden im Destillat nicht festgestellt.

Die Destillate entsprachen in Ihrer Zusammensetzung dem Ausgangslösungsmittel.

Auswahl und Erprobung der Mess- und Regeltechnik

Die Umsetzung des Steuer- und Regelsystems erfolgte auf der Grundlage der Vorgaben des Destillationsprozesses, der definiert wird von:

- der Ölbadtemperatur,
- der Kopftemperatur und
- dem Innendruck.

Für die Erfassung der Messgrößen Temperatur und Druck wurden geeignete Sensoren ausgewählt und mit Bezug auf die für die Destillationsversuche zur Verfügung stehende Apparatur erprobt.

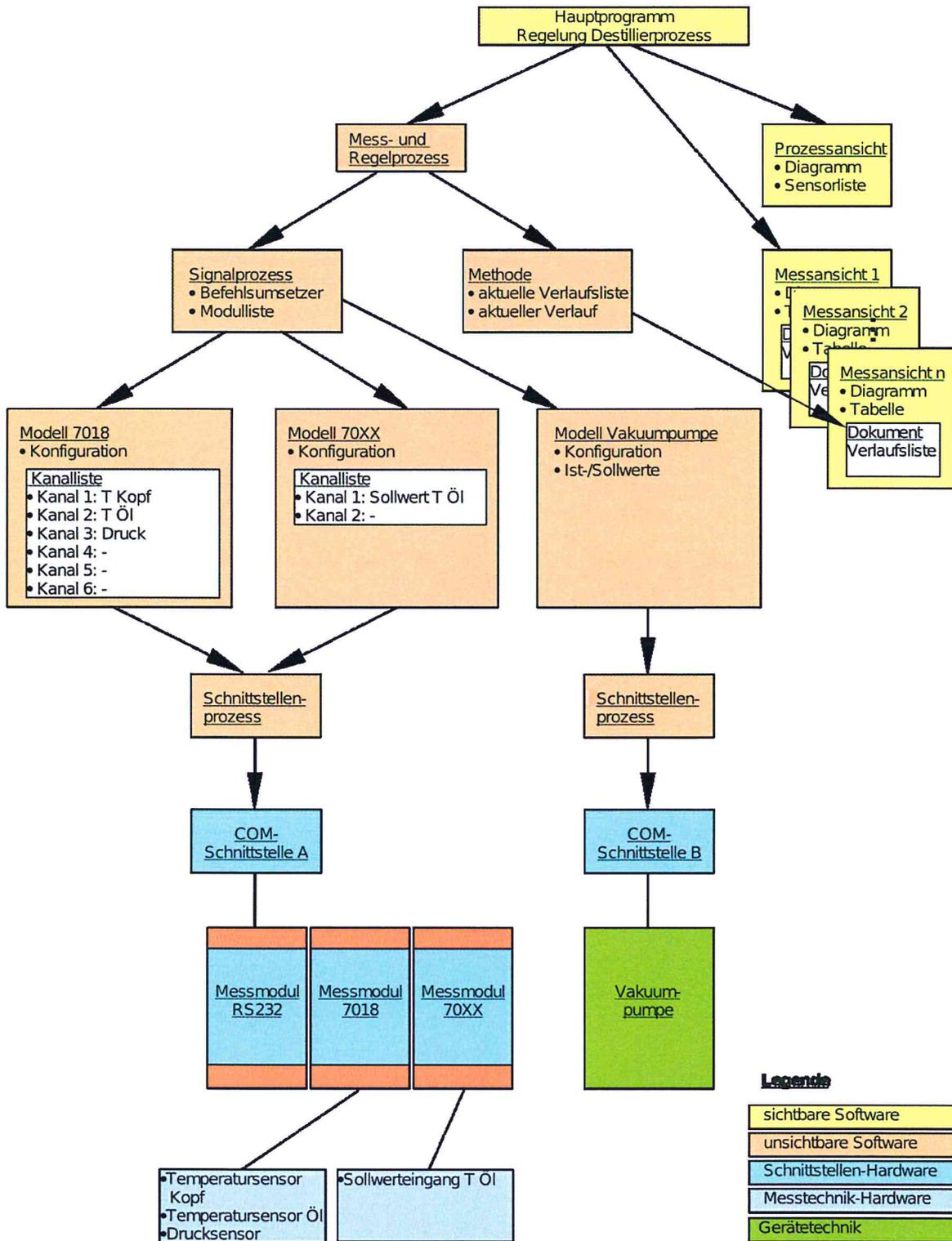


Bild 3: Software-Konzept zur Ansteuerung der Destillationsapparatur.

Entwicklung der Struktur der Software

Mit dem entwickelten Software-Konzept (Bild 3) wird die Destillationsapparatur durch gegliederte Softwaremodule modelliert. Neben dem Hauptprogramm zur Abbildung der Gerätetechnik bestehen weitere voneinander abgegrenzte Modelle zur Ablaufsteuerung, Messdatenerfassung und Ergebnisvisualisierung. Innerhalb des Hauptprogrammes wird ein interner Prozess zur Ansteuerung der Destillationstechnik gestartet. Der Mess- und Regelprozess enthält die einzelnen Hardwaremodelle für den Steuerprozess.

Die Hardwaremodelle bestehen aus:

- einem Sensormodell zur Abfrage der Messsignale
- einem Ausgabemodell zum Setzen von Sollwerten
- einem Modell der Vakuumpumpe.

Die Hardwaremodelle kommunizieren selbstständig und unabhängig voneinander mit den zugehörigen nachgeschalteten Schnittstellen. Die Kommunikation durch die Schnittstellenhardware wird ebenfalls durch selbstständig arbeitende Schnittstellenprozesse durchgeführt. Eine Gliederung in einzelne softwaretechnisch abgegrenzte Prozesse ermöglicht ein stabiles und zuverlässiges Systemverhalten der rechentechnischen Steuerung.

Festlegung der Prozessparameter und Umsetzung in das Steuer- und Regelsystem

Als Parameter werden die folgenden Informationen erfasst, verarbeitet und ausgegeben:

1. Messgrößen

- Temperatur im Destillierkopf T_{Kopf}
- Temperatur des Ölbad T_{Bad}
- vorhandener Druck p

2. Stellgrößen

- Zieldruck p_{Soll}
- einzustellender Druckgradient zum Erreichen des Zieldruckes (Druckänderung pro Zeit) Gradient p_{Soll}
- Zieltemperatur des Ölbad Gradient $T_{\text{Bad,Soll}}$
- einzustellender Temperaturgradient zum Erreichen der Zieltemperatur (Temperaturänderung pro Zeit) Gradient $T_{\text{Bad,Soll}}$
- Position des Vorlageventils zum selbsttätigen Umschalten vom ersten auf das zweite Vorlagegefäß

3. Funktionen

- Regler für den Druck abhängig von p_{Soll} und Gradient p_{Soll}
- Regler für die Badtemperatur abhängig von $T_{\text{Bad,Soll}}$ und Gradient $T_{\text{Bad,Soll}}$

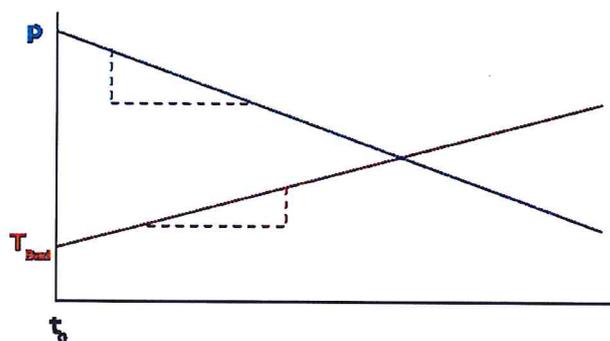


Bild 4: Schematische Darstellung der regelbaren Größen Druck und Temperatur.

Druck und Temperatur werden durch beide Regler auf einer Rampe gefahren, um einen möglichst zügigen Destillierablauf zu erzeugen und dennoch Siedeverzüge zu vermeiden.

Der Ablauf der Destillation untergliedert sich in die folgenden Abschnitte:

- Ausgangsbedingungen einstellen
- Destillation Stufe 1
- Vorlagenwechsel
- Destillation Stufe 2

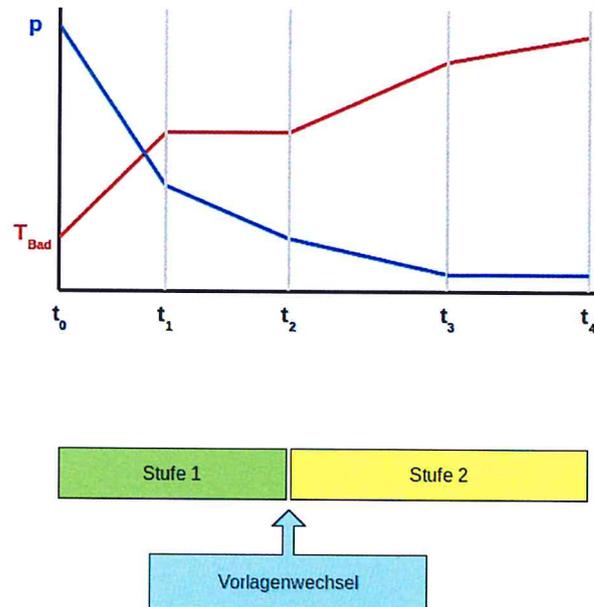


Bild 5: Schematische Darstellung des Destillationsablaufs.

Die Optimierung der einzelnen Prozessabschnitte erfolgt über die Anpassung der jeweiligen Parameter. Hierfür sind die folgenden Einstellgrößen vorgesehen:

- $T_{\text{Bad},1}$, Gradient $T_{\text{Bad},1}$, p_1 , Gradient p_1
- p_2 , Gradient p_2 , $T_{\text{Kopf,Stufe 1}}$, $\Delta T_{\text{Kopf,Stufe 1}}$
- $T_{\text{Bad},3}$, Gradient $T_{\text{Bad},3}$, p_3 , Gradient p_3
- Inkrement $T_{\text{Bad,Stufe 2}}$
- $T_{\text{Kopf, Stufe 2}}$, $\Delta T_{\text{Kopf,Stufe 2}}$
- $T_{\text{max,Bad, 3}}$
- $t_{\text{max,Stufe 2}}$

Einbringung der Mess- und Regeltechnik in das Hard- und Softwaresystem

Zur Ablaufsteuerung wurde für die Destillationsstufen 1 und 2 jeweils ein Algorithmus entwickelt (Bilder 6 und 7).

Die Destillation beginnt mit variablen Anfangsbedingungen zum Zeitpunkt t_0 . Aus diesem Grund werden zunächst ein definierter Druck und eine definierte Badtemperatur über Gradienten eingeregelt. Beide Bedingungen liegen zum Zeitpunkt t_1 vor. Unter Halten der aktuellen Badtemperatur wird der Druck auf den Vorgabewert p_2 mit der in Gradient p_2 eingestellten Geschwindigkeit angefahren. Während dessen erfolgt die Destillation in das Vorlagegefäß 1 bis zu der Schwelle, bei welcher unter dem erreichten Druck und Temperatur kein Lösungsmittel mehr extrahiert werden kann. In dieser Situation fällt die Temperatur im Destillationskopf deutlich und schnell ab. Für Temperaturhöhe und Temperatur-Änderungsgeschwindigkeit werden die Schwellen $\Delta T_{\text{Kopf,Stufe 1}}$ und $T_{\text{Kopf,Stufe 1}}$ überwacht.

Bei Erreichen beider Schwellen ist die Destillationsstufe 1 beendet und das Vorlagegefäß wird automatisch über ein angeschlossenes Umschaltventil oder manuell nach einer Informationsmeldung an den Bediener umgestellt.

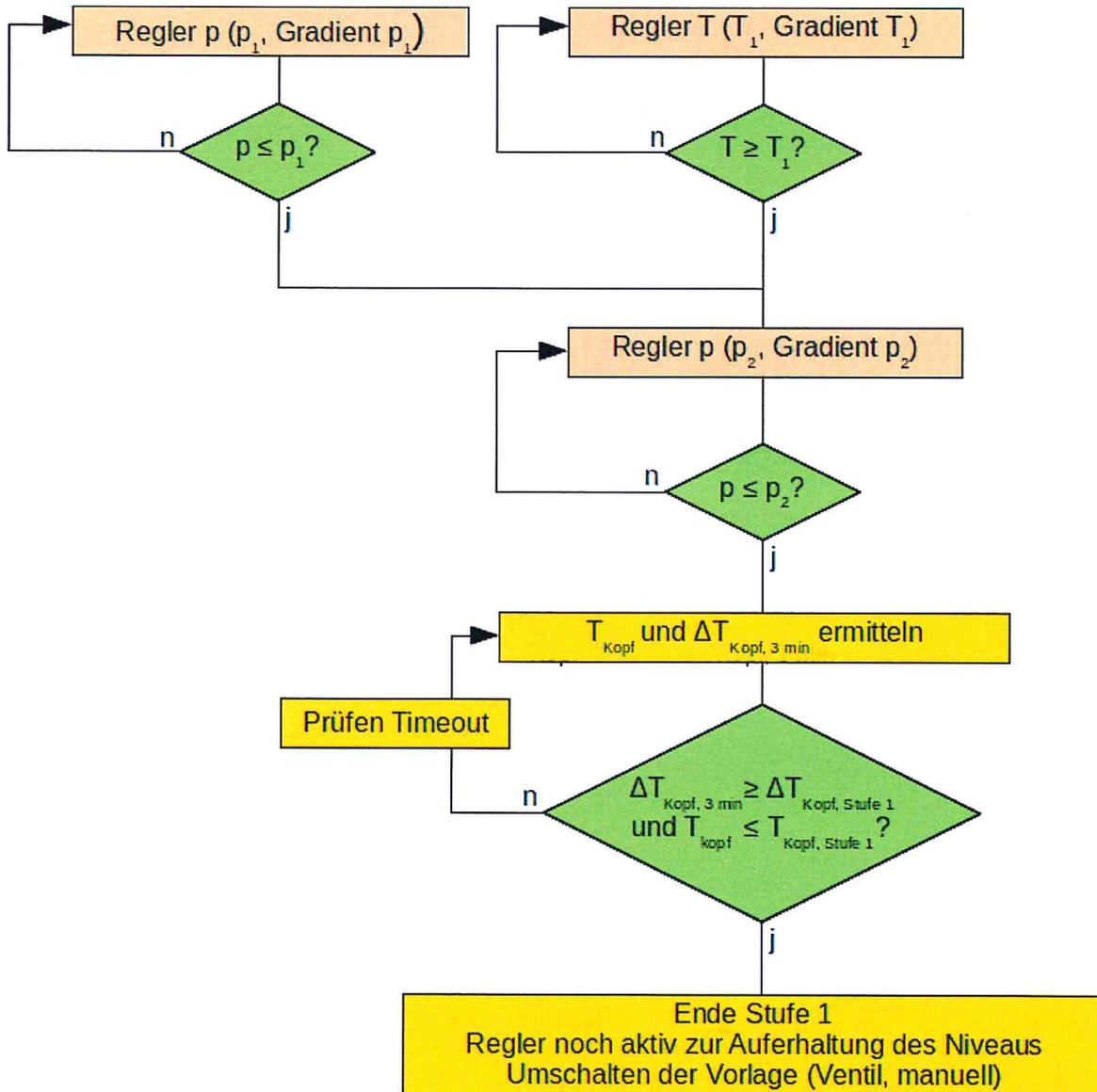


Bild 6: Algorithmus Stufe 1.

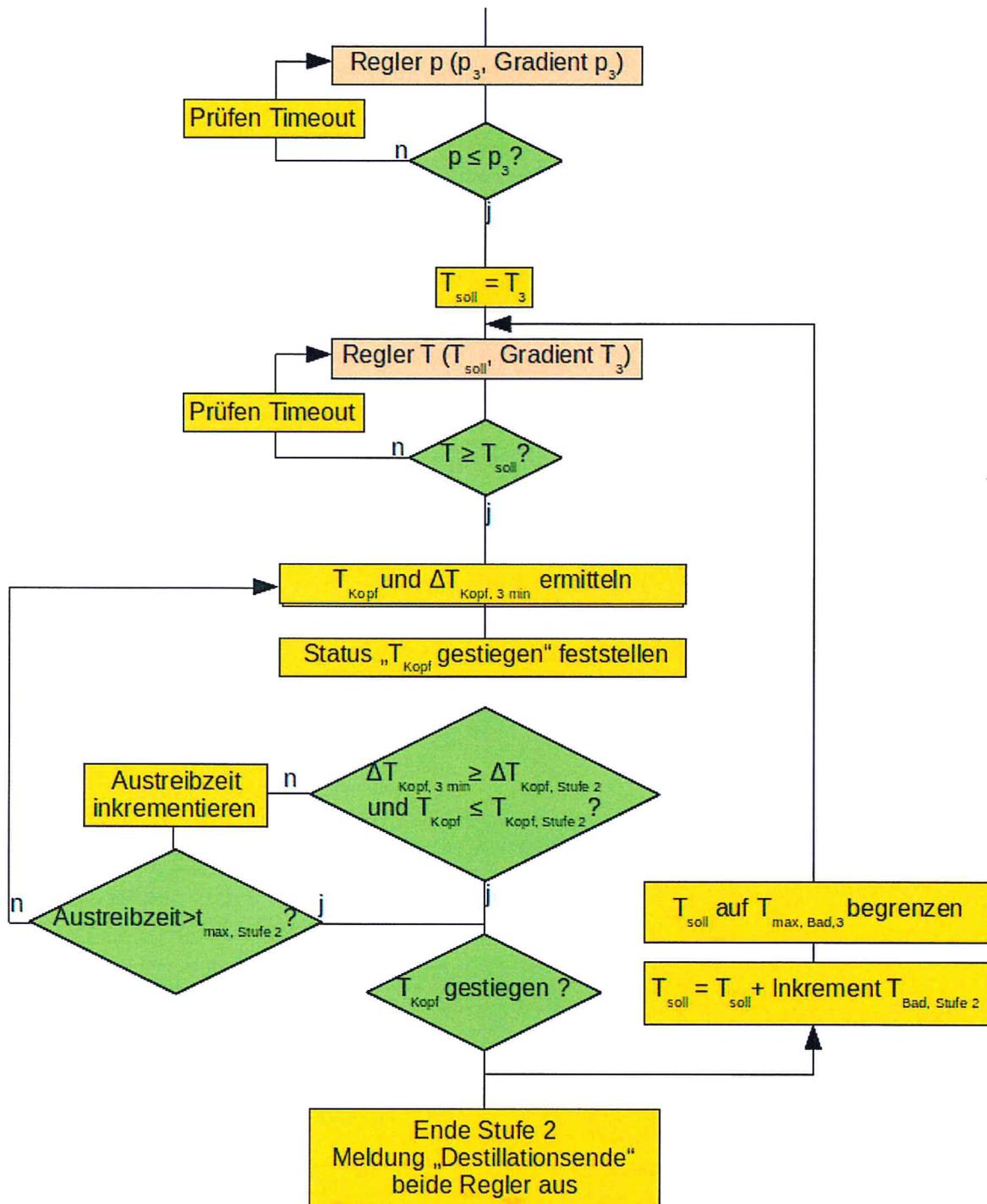


Bild 7: Algorithmus Stufe 2.

Beginnend beim Zeitpunkt t_2 werden Druck und Temperatur mit vorgegebenen Gradienten auf das Niveau p_3 und T_3 eingeregelt. Die Vorgabewerte müssen innerhalb vorgegebener Zeiten erreicht werden, andernfalls besteht Verdacht auf technische Fehler wie Undichtheiten oder Messdefekte.

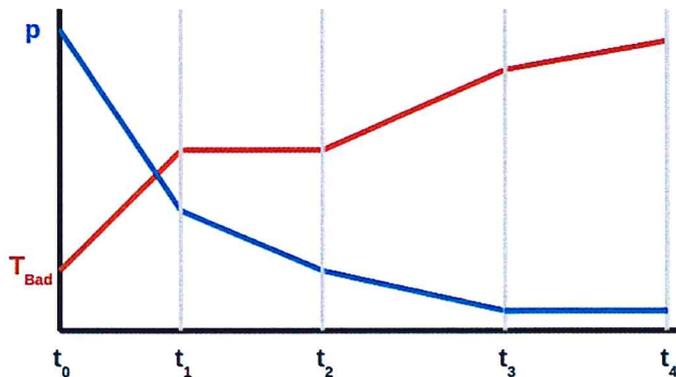


Bild 8: Schematische Darstellung der Druck- und Temperaturregelung.

Der weitere Destilliervorgang zielt auf eine möglichst vollständige Austreibung des Lösungsmittels unter Vermeidung nicht erforderlicher Erhitzung des Bitumens ab. Deshalb wird im Folgenden die Temperatur nur noch schrittweise erhöht, und bei jedem Schritt geprüft, ob noch Lösungsmittel extrahiert wird. Eine erneute Lösungsmittelextraktion spiegelt sich zunächst in einer steigenden Kopftemperatur wieder. Innerhalb einer vorgegebenen zulässigen Austreibzeit müssen die Kopftemperatur und deren Änderungsgeschwindigkeit die vorgegebenen Schwellen $\Delta T_{\text{Kopf, Stufe 2}}$ und $T_{\text{Kopf, Stufe 2}}$ erreichen. Wurde anhand des Temperaturverlaufes im Destillationskopf extrahiertes Lösungsmittel festgestellt, wird die Temperatur vom Regler allmählich um ein vorgegebenes Inkrement erhöht und dabei erneut die Kopftemperatur beobachtet. Sobald nach der Temperaturerhöhung kein Anstieg der Kopftemperatur mehr feststellbar ist, wird die Destillation beendet. Bei der iterativen Temperaturerhöhung wird die maximal zulässige Badtemperatur $T_{\text{max, Bad, 3}}$ nicht überschritten, um eine unzulässige Erhitzung des Bitumens auszuschließen. Beim Erreichen dieser Grenze oder bei Überschreiten zulässiger Zeiten wird die Destillation ebenfalls beendet.

Entwicklung der Protokollierung für verschiedene Bitumenlösungen und Dokumentation der Ergebnisse

Der interne Mess- und Regelprozess arbeitet fortlaufend und unabhängig von den Aktivitäten des Bedieners. Der laufende Systemstatus wird in Prozessansichten geordnet nach Allgemeindaten, Sensoren, Parametern und Kommunikation aufgeführt (Bild 9).

In der Prozessansicht Sensoren werden die Mess- und Stellgrößen sowie berechnete Werte angezeigt, die den laufenden Destillationsvorgang beschreiben. Die Einstellgrößen sind in der Ansicht Parameter ersichtlich und editierbar. Diese Werte beschreiben den Ablauf einer Destillation und können als Methode in Dateiform gespeichert werden. Auf diese Weise sind reproduzierbare und an den jeweiligen Anwendungsfall angepasste Methoden z. B. für den Routinebetrieb erstellbar.

Die Destillationsabläufe werden in Messprotokollen gespeichert (Bild 10). Ein Protokoll besteht aus beliebig vielen nacheinander aufgelisteten Destillationen. Jede Destillation enthält den aufgezeichneten zeitlichen Verlauf der Messwerte sowie die Zeitpunkte für Beginn und Ende. Zur besseren Vergleichbarkeit verschiedener Destillationsabläufe können mehrere Messprotokolle gleichzeitig geöffnet und nebeneinander betrachtet werden.

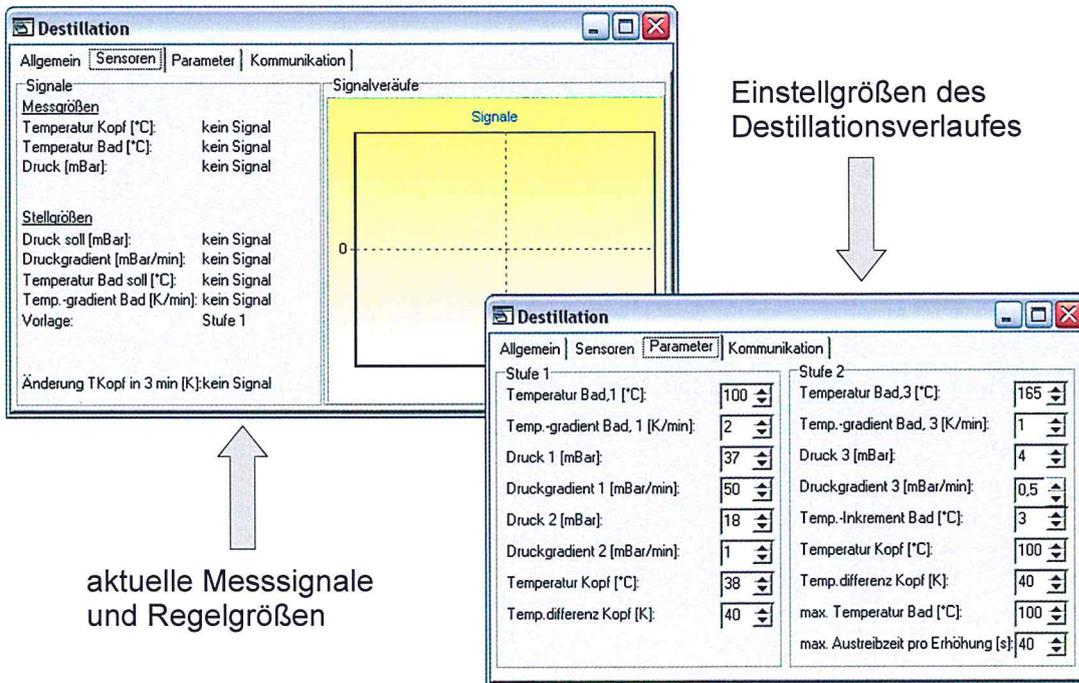


Bild 9: Softwaredarstellung.

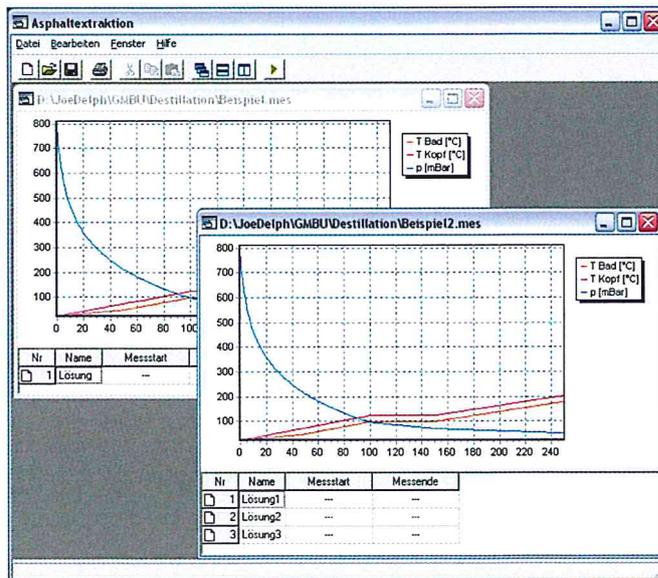


Bild 10: Darstellung der Destillationsabläufe in der Software.

4 Darstellung des wissenschaftlich-technischen und wirtschaftlichen Nutzens der erzielten Ergebnisse insbesondere für KMU sowie ihres innovativen Beitrags und ihrer industriellen Anwendungsmöglichkeiten

Anhand der Forschungsergebnisse konnte festgestellt werden, dass das krebserregende Trichlorethylen (Tri) durch das nicht toxische Lösemittel Caprylsäuremethylester substituiert werden kann. Damit können alle, zum Teil sehr aufwendigen Maßnahmen gemäß Gefahrstoffverordnung und BG-Information BGI 790-011 entfallen, die beim Umgang mit Tri zu beachten sind. Dies stellt für alle Laboratorien an Asphaltmischanlagen und alle RAP-Stra-Laboratorien einen erheblichen Nutzen dar.

Durch den Einsatz des aus nachwachsenden Rohstoffen hergestellten Caprylsäuremethylesters wird ferner ein wesentlicher Beitrag zum Umweltschutz geleistet.

Ein weiterer Vorteil des Pflanzenölesters ist eine deutliche Kostenersparnis, da der Preis für Tri in der Regel deutlich höher ist. Vorteilhaft ist auch die ausreichende Verfügbarkeit der alternativen Lösemittel.

Ein weiterer wirtschaftlicher Nutzen besteht für Hersteller von Labor- und Vakuumsystemen durch die Steigerung ihrer Leistungs- und Wettbewerbsfähigkeit.

Die neu konzipierte Vakuumdestillationsapparatur kann von Prüfgeräteherstellern unter Nutzung des erstellten Soft- und Hardwarekonzeptes entsprechend der ermittelten Siedeparameter optimiert und danach weltweit vermarktet werden.

Weiterhin entsteht für Hersteller von Lösungsmitteln ein wirtschaftlicher Nutzen durch Verbreiterung Ihrer Produktpalette. Das Lösungsmittel Caprylsäuremethylester kann speziell für den Einsatz zur Bindemittelrückgewinnung vermarktet werden.

5 Zusammenstellung aller Arbeiten, die im Zusammenhang mit dem Vorhaben veröffentlicht wurden oder in Kürze veröffentlicht werden sollen:

Maßnahme	Datum
Vortrag anlässlich des Weiterbildungsseminars des Verbandes der Straßenbaulaboratorien e. V. Weimar	12.4.2012
Veröffentlichung in der Fachzeitschrift „asphalt“ des DAV	2012

6 Angaben über gewerbliche Schutzrechte, sofern sie erworben wurden oder ihre Anmeldung beabsichtigt ist (detaillierte Regelungen zu Schutzrechten sind den jeweiligen Zuwendungsbescheiden bzw. Weiterleitungsverträgen zu entnehmen)

Anmeldung von Schutzrechten ist nicht beabsichtigt.

7 Einschätzung zur Realisierbarkeit des vorgeschlagenen und aktualisierten Transferkonzepts:

Plan zum Ergebnistransfer

Maßnahme	Ziel	Datum, Zeitraum
gezielte Ansprache potenziell interessierter Unternehmen auch außerhalb des PA	Gewinnung neuer PA-Mitglieder: 1. Ilmvac GmbH, Vertreter Dipl.-Ing. Karsten Wilke 2. TÜV Nord MPA GmbH & Co, Vertreter Frau Dipl.-Ing. Heidenblut	März 2010 April 2010
Information der Unternehmen des PA	Vorstellung der ersten Projektergebnisse während der 1. Sitzung des PA	28.4.2010
Weitergabe der Projektergebnisse (Vorträge der 1. Sitzung PA) an alle Mitglieder des PA	Information und Beratung der Unternehmen des PA	Mai 2010
gezielte Ansprache potenziell interessierter Unternehmen auch außerhalb des PA	Gewinnung neues Mitglied für den PA: Chemnitzer Baustoffprüfgesellschaft mbH Vertreter Herr Dipl.-Ing. Ehmig	September 2010
Information der Unternehmen des PA	Vorstellung der Projektergebnisse während der 2. Sitzung des PA	13.10.2010
Weitergabe der Projektergebnisse (Vorträge der 2. Sitzung PA) an alle Mitglieder des PA	Information: Die neue Vakuumtechnik (Labor-Vakuum-System LVS 610 T) wurde erfolgreich getestet. Weiteres Ziel: Nachweis der Eignung bei Dauerbetrieb	Oktober 2010
gezielte Ansprache potenziell interessierter Unternehmen auch außerhalb des PA	Gewinnung neues Mitglied für PA: Firma Vacubrand GMBH	Juni 2011
Information der Unternehmen des PA	Vorstellung der Projektergebnisse während der 3. Sitzung des PA	11.10.2011
Weitergabe der Projektergebnisse (Vorträge der 3. Sitzung PA) an alle Mitglieder des PA	Information: Der Pumpstand PC3/RZ6 wurde ebenfalls erfolgreich getestet. Wichtigstes Ergebnis: Bindemittelrückgewinnung mit beiden untersuchten Vakuumsystemen ist erfolgreich. Vor- und Nachteile beider Systeme wurden herausgearbeitet. Weiteres Ziel: Erarbeitung einer Prüfvorschrift zur Bindemittelrückgewinnung	Dezember 2011
Vortrag anlässlich des Weiterbildungsseminars des Verbandes der Straßenbaulaboratorien e. V. Weimar		12.4.2012
Veröffentlichungen in der Fachpresse z. B. in der Zeitschrift „Straße und Autobahn“ der Forschungsgesellschaft für Straßen- und Verkehrswesen		ab 2012
Veröffentlichungen in der Fachpresse z. B. in der Zeitschrift „asphalt“ Fachzeitschrift für Herstellen und Einbauen von Asphalt		ab 2012
Forschungsergebnisse werden in den zuständigen Arbeitsausschüssen der Forschungsgesellschaft des Straßen- und Verkehrswesens und in den Gremien des DAV vorgestellt.		ab 2012
Forschungsergebnisse auf nationalen und internationalen Fachtagungen präsentieren, z. B. auf Asphalttagungen des DAV und der Forschungsgesellschaft für Straßen- und Verkehrswesen		ab 2012

*Das IGF-Vorhaben Nr. **16287 BR** der Forschungsvereinigung Deutsches Asphaltinstitut e. V. wurde über die AiF im Rahmen des Programms zur Förderung der Industriellen Gemeinschaftsforschung und -entwicklung (IGF) vom Bundesministerium für Wirtschaft und Technologie aufgrund eines Beschlusses des Deutschen Bundestages gefördert.*

Anlage 1

Entwurf einer modifizierten Prüfvorschrift für Asphalt

Rückgewinnung des Bindemittels mittels Rotationsverdampfer

Inhaltsübersicht

1. Anwendung
2. Beschreibung des Verfahrens und Messprinzip
3. Geräte und Prüfmittel
4. Proben
5. Durchführung
6. Angaben im Prüfbericht
7. Präzision des Verfahrens

1 Anwendung

Die modifizierte Prüfvorschrift für die Rückgewinnung des Bindemittels mittels Rotationsverdampfer basiert auf der DIN EN 12697-3 sowie TP Asphalt-STB Teil 3.

Das Verfahren kann angewendet werden für Straßenbaubitumen und **Polymermodifiziertes** Bitumen. Die Bindemittelrückgewinnung ist erforderlich, wenn der Bindemittelgehalt durch Rückgewinnung zu bestimmen ist und die Bindemittleigenschaften untersucht werden sollen.

2 Beschreibung des Verfahrens und Messprinzip

Das Bindemittel wird gemäß TP Asphalt –STB, Teil 1 mit Caprylsäuremethylester aus der Asphaltprobe gelöst. Aus der füllfreien Bindemittellösung wird das Bindemittel durch eine Vakuumdestillation mithilfe eines Rotationsverdampfers zurückgewonnen.

3 Geräte und Prüfmittel

Präzisionswaage mit Ablesegenauigkeit von $\pm 0,1$ g

Caprylsäuremethylester

Rohvaseline oder Glycerin, PTFE-Dichtband

Hochtemperatur-Silikonöl

Vakuumdestilliersystem

Rotationsverdampfer mit einem rotierenden Destillierkolben, der unter Vakuum betrieben werden kann

Ausstattungsmerkmale des Vakuumdestillationssystems:

- Antriebsmotor mit Drehzahlregelung, sodass der Destillierkolben mit (65 ± 15) U/min rotiert
- Vakuumanlage für den Druck P_2 , Enddruck 2mbar
- Druckfester Destillierkolben mit einem Fassungsvermögen von 1 Liter aus hitzebeständigem Glas mit Schliffverbindung,

- Ölbad für den 1-l-Destillierkolben, ausgestattet mit einer Heizeinrichtung, für Öltemperaturen bis 175°C, Destillierkolben und Ölbad müssen so beschaffen sein, dass sich die Oberfläche der Bindemittelprobe im Kolben unterhalb des Flüssigkeitsspiegels des Ölbad befindet.
- Glaskolben als Vorlage
- Vakuumpumpe, die in einem dichten System den absoluten Druck auf P_2 gemäß der Tabelle 1 vermindern kann,
- Vakuum Controller (Messbereich von 0,1 mbar bis 1000 mbar) mit Sensor und Belüftungsventil

4 Proben

Im Regelfall wird das bei der Bestimmung des Bindemittelgehaltes nach den TP Asphalt-STB, Teil I gewonnene Bindemittel-Lösemittel-Gemisch verwendet. Wird für die Durchführung der vorgesehenen Bindemittelprüfungen mehr Bindemittel benötigt, muss die Bindemittelrückgewinnung mit weiteren Proben wiederholt werden.

Das Bindemittel-Lösemittel-Gemisch ist in den Glasbehälter zu überführen und bis zum Beginn der Destillation zur Rückgewinnung des Bindemittels, jedoch nicht länger als 20 Stunden, im Dunkeln zu lagern.

5 Durchführung

Falls die Masse des zurückgewonnenen Bindemittels ermittelt werden soll, muss die Masse des eingesetzten Destillierkolbens bestimmt werden.

Der Destillierkolben ist mit (65 ± 15) U/min in das Ölbad einzutauchen.

Tabelle 1: Destillationsbedingungen bei zwei Prüfphasen.

Lösemittel	Siedepunkt [°C]	Erste Destillationsphase		Zweite Destillationsphase	
		Temperatur T_1 [°C]	Druck p [mbar]	Temperatur T_2 [°C]	Druck p [mbar]
Caprylsäure- methylester		100	18 - 22	165 - 175	5 ± 1

Die Temperatur des Ölbad ist auf $(T_1 \pm 5)$ °C schrittweise (innerhalb von 15 min) gemäß der Tabelle 1 zu erhöhen.

Der Druck P_1 in der Apparatur ist auf 40 mbar zu verringern und danach schrittweise (innerhalb von 15 min) gemäß der Tabelle 1 zu verringern. Eine zu schnelle Erhöhung der Temperatur sowie eine zu schnelle Verringerung des Druckes kann zu Siedeverzügen führen.

Das Volumen des Bindemittel-Lösemittel-Gemisches im Destillierkolben darf 600 ml nicht überschreiten. Es wird so lange destilliert, bis keine wesentlichen Lösungsmittelmengen mehr überdestillieren. Danach ist die Destillationsanlage zu belüften und der Vorlagekolben zu wechseln.

Anschließend wird die Temperatur des Ölbad schrittweise auf $(T_2 \pm 5)$ °C erhöht. Parallel dazu ist der Druck allmählich während einer Dauer von (15 ± 5) min auf $(P_2 \pm 0,5)$ hPa zu verringern.

Eine zu schnelle Erhöhung der Temperatur sowie eine zu schnelle Verringerung des Druckes kann zu Siedeverzügen führen.

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 10 Minuten beizubehalten.

Der Druck innerhalb der Apparatur ist bei rotierendem Kolben langsam auf atmosphärischen Druck zu erhöhen. Die Rotation des Kolbens ist nach dem Belüften und Herausheben aus dem Ölbad zu beenden.

Der Destillierkolben ist vollständig aus dem Bad herauszunehmen und an der Außenseite durch Abwischen zu reinigen.

Der Destillierkolben ist danach aus der Apparatur zu entnehmen. Der Kolben und die Innenseite des Kolbenhalses sind mit einem sauberen Tuch zu reinigen und mit einem lose aufgesetzten Deckel zu verschließen. Wenn nur die Masse des zurückgewonnenen Bindemittels bestimmt werden soll, ist der Kolben nach dem Abkühlen zu wiegen.

Die Extraktion nach den TP Asphalt-STB, Teil 1 und die Rückgewinnung sind innerhalb von 20 Stunden zu beenden.

Der Destillationsvorgang sollte nicht länger als zwei Stunden dauern

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:

- verwendetes Lösemittel,
- Destillationsbedingungen T_1 , P_1 , T_2 und P_2 ,

7 Präzision der Verfahren

Wenn nach diesem Verfahren der Bindemittelgehalt bestimmt wird (Rückgewinnungsverfahren), gelten die Präzisionsangaben nach den TP Asphalt-STB, Teil 1.