

DIPLOMARBEIT

Master Thesis

Untersuchungen zum Einfluss von Lösungsmittel und Destillationsparametern auf Bitumeneigenschaften

ausgeführt zum Zwecke der Erlangung des akademischen Grades
eines Diplom-Ingenieurs/ einer Diplom-Ingenieurin

unter der Leitung von

Univ. Prof. Dipl.-Ing. Dr. techn. **Ronald Blab**,

Univ. Ass. Dipl.-Ing. Dr. techn. **Bernhard Hofko**

und

Univ. Ass. Dipl.-Ing. **Markus Hospodka**

E230-3

Institut für Verkehrswissenschaften

Straßenwesen

eingereicht an der Technischen Universität Wien
Fakultät für Bauingenieurwesen

Von

Delyana Dimitrova

1029221

Kurzfassung

Diese Diplomarbeit umfasst eine Literaturrecherche sowie die Ergebnisse und Interpretation eines umfangreichen Prüfprogramms, um die Einflüsse von organischen Lösungsmitteln und Destillationsparametern auf ein polymermodifiziertes kurzzeitgealtertes Bitumen (Polymer: Styrol-Butadien-Styrol SBS) zu ermitteln. Dieser Einfluss wird mit Hilfe einer Gravimetrie auf Lösungsmittelrückstand und mechanischen Prüfungen am Dynamischen Scherrheometer bestimmt. Der Stand der Technik enthält eine allgemeine Beschreibung bezüglich des Bitumens über Herkunft, Gewinnung, Eigenschaften, Alterungsmechanismen und Bitumenrückgewinnung aus Asphalt. Des Weiteren sind Informationen über unterschiedliche Lösungsmitteln und deren Verwendung in Asphaltanalysatoren enthalten. Diese Diplomarbeit schließt die Beschreibung des Rotationsverdampfers mit ein, welche die Hauptrolle bei der Probenvorbereitung spielt.

Die Lösungsmittel, die in dieser Diplomarbeit verwendet werden, sind Toluol und Tetrachlorethen (auch bekannt als Perchloethylen). Das sind organische Lösungsmittel, die ähnliche Eigenschaften wie einige Stoffe der Benzolgruppe besitzen. Das eingesetzte Bitumen ist polymermodifiziert und kurzzeitgealtert, wobei die Alterung des Bitumens im RTFOT in den Versuchen eine untergeordnete Rolle spielt. Die Alterungsmethode wird daher nur kurz beschrieben. Die Probenvorbereitung mit dem Rotationsverdampfer umfasst insgesamt drei Destillationsprogramme. Dabei wird der Einfluss infolge von Bitumen-Lösemittelkonzentration, Lagerungsdauer und den Destillationsparametern Temperatur und Druck bestimmt und interpretiert. Die daraus resultierenden Ergebnisse werden detaillierte Rückschlüsse geben, welche Rolle Lösungsmittel und Destillationsparameter bei der Veränderung der Bitumeneigenschaften spielen.

Abstract

This thesis includes a literature review and the results and interpretation of an extensive test program to examine the influences of organic solvents and distillation parameters on a polymer-modified short-term aged bitumen (Polymer: SBS). This influence is determined using a gravimetric solvent residue and mechanical tests in the Dynamic Shear Rheometer. The literature review provides a general description regarding the bitumens about the origin, production, properties, aging mechanisms and bitumen extraction of asphalt. In addition, information on different solvents and their use in bitum analyser. This thesis includes the description of the rotary evaporator, which plays the main role in the preparation of samples.

The solvents used in this thesis, are toluene and tetrachlorethene. These are organic solvents that have similar characteristics to some substances of benzene group. The used bitumen is polymer modified and short-term aged. The aging plays a minor role in the experiments and therefore so the aging method is only briefly described. The sample preparation with the rotary evaporator comprises a total of three distillation programs. The influence due to bitumen-solvent concentration, storage period, and the distillation parameters of temperature and pressure is determined and interpreted.

Häufig verwendete Abkürzungen:

RTFOT	R olling T hin F ilm O ven T est
PmB	p olymer m odifizierten B itumen
TCE	T etrachlorethen
DSR	D ynamic S hear R heometer
SBS	S tyren- B utadien- S tyren

INHALTSVERZEICHNIS

1. EINLEITUNG UND AUFGABESTELLUNG	6
2. STAND DER TECHNIK	7
2.1 Was ist Bitumen?	7
2.2 Gewinnung von Bitumen	8
2.3 Bitumen-Zusammensetzung, Eigenschaften.....	9
2.3.1 Thermo-viskoses Verhalten	10
2.3.2 Viskoelastisches Verhalten	11
2.3.3 Relaxationsvermögen	12
2.4 Polymermodifizierte Bitumen: PmB	13
2.5 Alterungsmechanismen von Bitumen.....	14
2.6 Bitumenrückgewinnung aus Asphalt.....	16
2.6.1 Lösungsmittel	16
2.6.1.1 Toluol	17
2.6.1.2 Tetrachlorethen.....	19
2.6.2 Asphaltanalysator (Extraktor).....	22
2.6.3 Rotationverdampfer	24
2.6.3.1 Vakuumpumpen	25
2.6.3.2 Woulfesche Flasche.....	26
3. ANGEWANDTE PRÜFMETHODEN	29
3.1 Prüfung der Probekörper mit dem Dynamischen Scherrheometer DSR (EN 14770).....	29
3.1.1 Allgemeine Beschreibung des DSR.....	29
3.1.2 Versuchsdurchführung.....	36
3.2 Alterungsmethode RTFOT (EN 12607).....	37
4. VERSUCHSPROGRAMM	41
4.1 Bitumensorte	41
4.2 Bitumenkonzentration in Lösung	41
4.3 Lagerungsdauer	42
4.4 Destillationsparameter Temperatur und Druck	42
4.5 Probenvorbereitung	43
4.6 Prüfmatrix und Probenbezeichnung	44
4.6.1 Prüfmatrix.....	44
4.6.2 Probenbezeichnung.....	46
5. ERGEBNISSE UND INTERPRÉTATION	48
5.1 Gravimetrie	48
5.1.1 Methodik.....	48
5.1.2 Auswertung infolge Konzentration.....	48
5.1.3 Auswertung in Folge der Lagerungsdauer	51
5.1.4 Auswertung in Folge der Destillationsparameter Temperatur und Druck.....	52
5.2 Dynamischer Scherrheometer (DSR)	54
5.2.1 Thermische Einwirkung.....	56
5.2.2 Einfluss von Lösungsmitteln auf die Bitumeneigenschaften in Folge Konzentration.....	57
5.2.3 Einfluss von Lösungsmittel auf die Bitumeneigenschaften in Folge Lagerungsdauer	59
5.2.4 Einfluss von Lösungsmittel auf die Bitumeneigenschaften in Folge Destillationsparametern Temperatur und Druck.....	62
6. ZUSAMMENFASSUNG UND AUSBLICK	64
I. LITERATURVERZEICHNIS	67
II. ABBILDUNGSVERZEICHNIS	69
III. TABELLENVERZEICHNIS	71
IV. ANHANG	72

1. EINLEITUNG UND AUFGABESTELLUNG

Mit dem Thema „Untersuchungen zum Einfluss von Lösungsmitteln und Destillationsparametern auf Bitumeneigenschaften“, versucht diese Diplomarbeit Antworten auf die Frage zu geben, wie organische Lösungsmittel und Destillationsparameter die Bitumeneigenschaften beeinflussen.

Das Versuchsprogramm umfasst insgesamt 32 Bitumenproben aus RTFOT-gealtertem polymermodifizierten Bitumen der Sorte PmB 45/80-65. Bei 30 Stück der Proben wird das Bitumen bei unterschiedlichen Lagerungsdauern in den beiden Lösungsmitteln (Toluol und Tetrachlorethen) gelöst. Die verbleibenden zwei Proben werden ohne Lösungsmittel vorbereitet. Für alle Proben wird eine Gravimetrie auf Lösungsmittelrückstand durchgeführt. Mechanische Prüfungen werden mit Hilfe des DSR durchgeführt und damit sollen folgende Fragen beantwortet werden:

- 1) Welche Auswirkungen haben die unterschiedlichen Bitumenkonzentrationen in Lösung auf die Bitumeneigenschaften? (Kapitel 5.2.2).
- 2) Wie beeinflusst die Lagerungsdauer die Bitumeneigenschaften (Kapitel 5.2.3)?
- 3) Wie beeinflussen die Destillationsparameter Temperatur und Druck die Bitumeneigenschaften (Kapitel 5.2.4)?
- 4) Wie unterscheiden sich die Ergebnisse bei Proben mit und ohne Lösungsmittelleinsatz? Das heißt, welchen Einfluss hat eine rein thermische Behandlung bzw. welche zusätzliche Einfluss die Lösung in Lösungsmitteln

2. STAND DER TECHNIK

2.1 Was ist Bitumen?

Bitumen wird aus Erdöl gewonnen. Es ist ein zähflüssiges Kohlenwasserstoffprodukt, das durch Abtrennung der leichteren Fraktionen (wie z. B. Flüssiggas, Benzin, Diesel) des Rohöls beim Raffinieren gewonnen wird, daher stammt sein Name „raffiniertes Bitumen“. Sein viskoelastisches Verhalten ändert sich mit der Temperatur. Bei normaler Umgebungstemperatur ist Bitumen eine stabile, zähflüssige Substanz. Raffiniertes Bitumen wird weitgehend für Bauzwecke benutzt, hauptsächlich als Bestandteil von Produkten für den Straßenbau und für Dächer. Bitumen wird beim Raffinieren unter bestimmten Eigenschaften und Spezifikationen produziert, die den Kriterien der Endanwendung entsprechen. Es dient als Bindemittel bei der Asphaltherstellung. Bei der Asphaltproduktion wird normalerweise Sand, Kies und Schotter mit dem Bitumen gemischt. Es ist möglich das Bitumen zu modifizieren um seine Eigenschaften zu verändern und verbessern. Dazu werden zum Beispiel Polymere hinzugefügt werden. Damit wird der Einsatzbereich der Bitumen vergrößert.

Die Terminologie von Bitumen und Asphalt wird in der EN 12597 geregelt: [1].

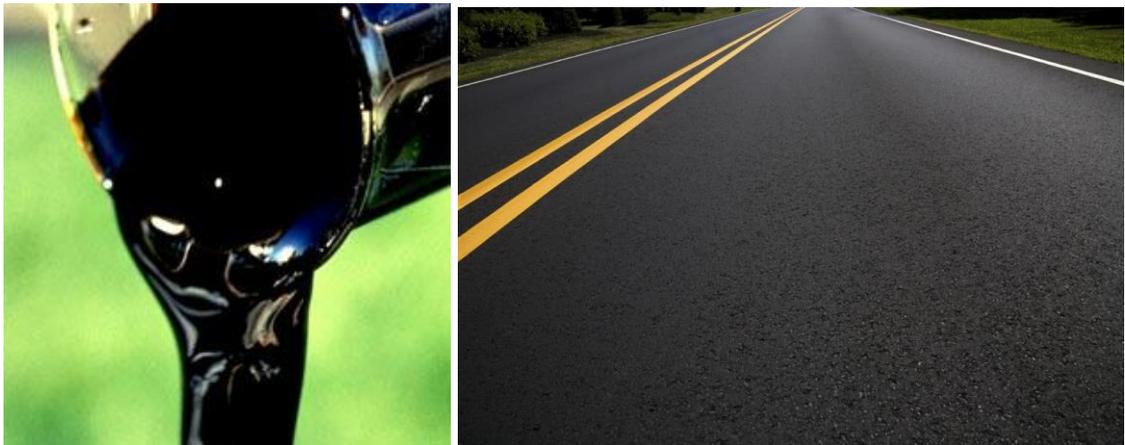


Abbildung 1: links: Bitumen [2], rechts: Asphalt [3]

Tabelle 1: Hauptbestimmungen von den Bitumen und bitumenhaltige Bindemitteln [1]

Begriff	Definition
Bitumen (Abbildung 1 links)	Nahezu nicht flüchtiges, klebriges und abdichtendes erdölstämmiges Produkt, das auch in Naturasphalt vorkommt und das in Toluol vollständig löslich ist. Bei Umgebungstemperatur ist es hoch viskos oder nahezu fest. (IUPAC: Methlylbenzen)
Bitumenhaltiges Bindemittel	Bindmittel , das Bitumen enthält ANMERKUNG: Ein bitumenhaltiges Bindemittel kann in folgenden Formen vorliegen: rein, modifiziert; oxidiert; verschnitten; geluxt; emulgiert. Zur Klarstellung ist möglichst immer der Begriff zu verwenden, der das betreffende Bindemittel genau beschreibt.
Straßenbaubitumen	Bitumen zur Herstellung von Asphalt für den Bau und die Erhaltung von Verkehrsflächen
Modifiziertes	Bitumen, dessen rheologische Eigenschaften bei der Herstellung durch Verwendung chemischer Zusätze modifiziert worden ist.
Polymermodifiziertes Bitumen	Mit einem oder mehrere organischen Polymeren modifiziertes Bitumen.
Asphalt (Abbildung 1 rechts)	Mischung von Gesteinkörnung mit einem Bitumenhaltigen Bindemittel.
Naturasphalt	Relativ hartes, in natürlichen Lagerstätten vorkommendes Bitumen, das häufig mit feinen oder sehr feinen Mineralstoffanteilen gemischt ist und welches bei 25°C praktisch fest, bei 175°C jedoch eine viskose Flüssigkeit ist.

2.2 Gewinnung von Bitumen

Bitumen wird aus Erdöl gewonnen Die Auftrennung des Rohöls von seinen Bestandteilen wird mit der Destillation durchgeführt. Die Destillation ist ein thermisches Verfahren, bei dem durch Verdampfung und Kondensation die gewünschten Stoffe aufgetrennt werden. Der Rohstoff wird zunächst unter atmosphärischem Druck destilliert. Dabei lassen sich Benzin, Diesel und Heizöle aufgrund der unterschiedlichen Siedetemperaturen abtrennen. Weitere schwere Öle werden in einer zweiten Stufe bei sehr niedrigem Druck destilliert. [4]

Nach diesem Prozess erhält man sogenanntes Destillationsbitumen. Von diesem Bitumen wird durch die Mischung mit Polymeren, ein Polymerbitumen hergestellt. Durch Oxidation mit

Sauerstoff bei hohen Temperaturen (bis 230°C) kann hartes Oxidationsbitumen hergestellt werden.

In der Abbildung 2 ist die Abfolge der Gewinnung von Bitumen dargestellt.

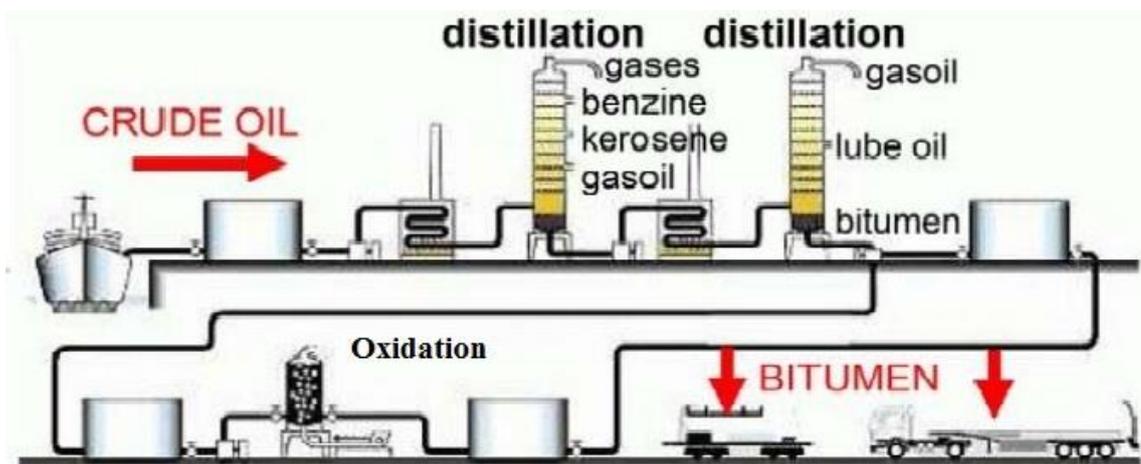


Abbildung 2: Gewinnung von Bitumen [5]

2.3 Bitumen-Zusammensetzung, Eigenschaften

Bitumen bestehen aus einer sehr großen Anzahl verschiedener Kohlenwasserstoffe und Kohlenwasserstoffderivate. Je nach geographischer Herkunft des Rohöls können Bitumen nach Art und Menge der Substanzen sehr unterschiedlich zusammengesetzt sein. Einen Überblick gibt die Tabelle 2. Trotz der großen Anzahl der verschiedenen Stoffe haben sie dennoch nahezu gleiche Gebrauchseigenschaften. Diese hängen viel häufiger von der Struktur als von der chemischen Zusammensetzung ab. [6]

Tabelle 2: Hauptbestandteile von Bitumen [7]

Chemische Element	Massenanteil [%]
Kohlenstoff	80-85
Wasserstoff	7-10
Sauerstoff	2-9
Stickstoff	0,1-1
Schwefel	0,5-7
Sonstiges (Übergangsmetalle)	< 0,1

Die EN 12597 [1] beschreibt Bitumen als ein kolloidales System, in dem eine dispergierte, in n-Heptan unlösliche Phase (Asphaltene) in einer kontinuierlichen, in n-Heptan löslichen Phase (Maltene) in stabiler Verteilung vorliegt. Diese beiden Phasen sind in Interaktion und verleihen dem Bitumen Eigenschaften einer Flüssigkeit, deren Fließverhalten besonderen Gesetzmäßigkeiten folgt (thermo-viskoses und viskoelastisches Verhalten). [6]

Die Struktur des Bitumens entspricht der eines Soles. Das ist eine kolloidale Lösung der Asphaltene in den Maltenen, ohne dass ein steifes Traggerüst entsteht. Die mechanischen Eigenschaften, im Besonderen die Festigkeit, Verformbarkeit und Temperaturbeständigkeit, hängen entscheidend vom Verhältnis Maltene/Asphaltene ab. Als nichtkristalliner Werkstoff sind die Eigenschaften des Bitumens in hohem Maße temperaturabhängig (thermoplastisch) (Abbildung 3). Bitumen besitzt keinen definierten Schmelzpunkt, sondern einen Erweichungspunkt. Unterhalb der Temperatur, bei der die Erweichung eintritt, verhält sich Bitumen relativ spröde, oberhalb dieser Temperatur ist es gut verformbar und zeigt viskose Eigenschaften. [7]

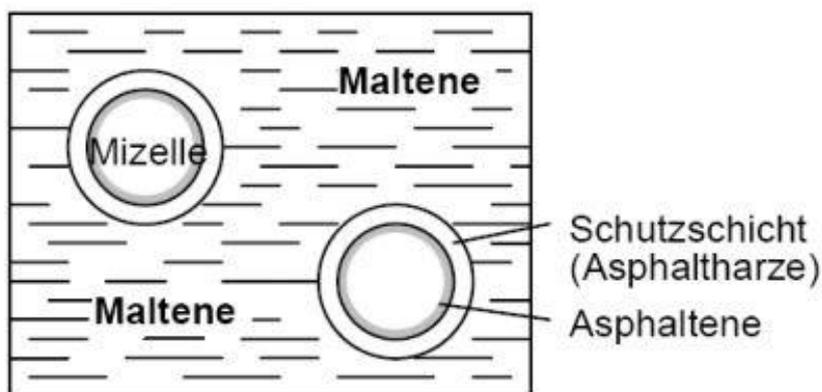


Abbildung 3: Schematischer Aufbau von Bitumen [7]

Eine Verkettung der Asphaltene untereinander wird durch die Schutzschicht aus Asphaltharzen verhindert. Beim Oxidationsbitumen (geblasenes Bitumen) wird diese Schutzschicht durch Einblasen von Luft zerstört, so dass ein starres Gerüst aus Asphaltene mit der Struktur eines Geles entsteht. [7]

2.3.1 Thermo-viskoses Verhalten

Die Hauptgrundlage für die Verarbeitung des Bitumens ist sein thermo-viskoses Verhalten. Dabei hat jeder Arbeitsvorgang (Pumpen, Spritzen, Mischen, Einbauen, Verdichten) seinen bestimmten Viskositätsbereich. Die zugehörigen Verarbeitungstemperaturen sind von der Bitumensorte abhängig. Härtere Sorten müssen heißer verarbeitet werden als weiche. Nach Abkühlen auf normale Umgebungstemperaturen hat das Bitumen die für die Belastbarkeit erforderliche Konsistenz erreicht. [6]

2.3.2 Viskoelastisches Verhalten

Unter idealelastischem Verhalten versteht man die reversible Deformierung einer Probe, bei der das Hookesche Gesetz gilt (Bsp. Feder). Unter idealviskosem Verhalten hingegen versteht man die irreversible Deformierung einer Probe, bei der das Newtonsche Gesetz gilt (Bsp. Wasser). Manche Substanzen weisen sowohl elastische als auch viskose Eigenschaften auf. Hierbei geht der elastische Anteil mit der Deformation der Probe zurück. Ab einem bestimmten Zeitpunkt (Deformation) lässt sich der Übergang vom Feststoff (elastisch) zur Flüssigkeit (viskos) bestimmen. Diesen Punkt nennt man die Fließgrenze. [8]

Das Steifigkeitsmodul des Bitumens hängt von der Belastungszeit und der Bitumenart ab. Wird dem Bitumen durch Belastung eine Verformung aufgezwungen, reagiert es sowohl elastisch als auch viskos. Bei sehr kurzer Belastungszeit, beispielweise bei schnellem Verkehr, überwiegt der elastische Anteil. Die aufgezwungene Verformung bildet sich nach der Entlastung weitgehend zurück. Je länger die Belastungszeit ist, desto größer wird der viskose Anteil der Verformungen, der als bleibende Verformung in Erscheinung tritt. Längere Belastungszeiten treten vor allem bei langsamem oder stehendem Verkehr (z. B. im Stau) oder bei Parkflächen auf. Dieses Verhalten wird noch von der Viskosität des Bitumens (Bitumensorte, Temperatur) beeinflusst. Je weicher das Bitumen, desto größer ist der viskose Anteil in Abhängigkeit von der Temperatur.

Für das Gebrauchsverhalten von Asphaltbefestigungen ist das viskoelastische Verhalten von Bitumen aus folgenden Gründen von Bedeutung:

- Verkehrsstöße werden gedämpft, Fahrbahn und Fahrzeug werden geschont. Asphaltbefestigungen erzeugen ein weicheres Fahrgefühl als beispielweise Betondecken.
- Es besteht die Gefahr bleibender Verformung durch den viskosen Anteil der Verformungen infolge der Verkehrsbelastung durch langsamen und spurfahrenden Schwerverkehr (Spurrinnen). Man versucht diesen Verformungen durch eine entsprechende Wahl der Bitumensorte und Zusammensetzung des Mischgutes entgegen zu wirken. Das viskoelastische Verhalten des Bitumens zeigt die nachfolgende Abbildung 4. [9]

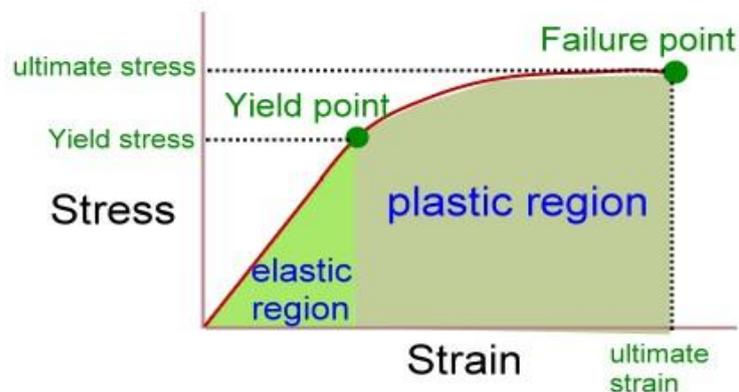


Abbildung 4: Deformation bei viskoelastischem Verhalten [10]

Die Verformungseigenschaften von Bitumen werden als „rheologische Eigenschaften von Bitumen“ zusammengefasst. Die Rheologie ist die Lehre von Verformungen, die ein Stoff unter bestimmten Belastungsbedingungen erfährt. Die Rheometrie beschreibt dabei die Messmethoden und Messgeräte, die zur Erfassung rheologischer Daten erforderlich sind. Die Messgeräte, mit denen das rheologische Verhalten einer Substanz bestimmt wird, werden Viskosimeter (nur Viskositätsmessung möglich) oder Rheometer genannt. [6]

2.3.3 Relaxationsvermögen

Relaxation ist das Vermögen eines Werkstoffes, sich aufgrund seines viskoelastischen Verhaltens einer aufgezwungenen Beanspruchung durch viskose Verformung zu einziehen. Der Spannungsabbau erfolgt dabei nicht spontan, sondern zeitabhängig. Die Geschwindigkeit, mit der die Beanspruchungen abklingen, hängt von der Viskosität des Bitumens ab. Je weicher das Bitumen, desto schneller erfolgt der Spannungsabbau. Das Relaxationsvermögen von Bitumen ermöglicht es in der Baupraxis, daraus erstellte Bauteile beispielweise bei starker Abkühlung in Verbindung mit thermischer Verkürzung nicht reißen. Die dabei entstehenden Zugspannungen im Bauteil können durch Relaxationsverformungen abgebaut werden, solange die Spannungen nicht zu groß werden und die Temperaturen nicht zu tief sinken. Somit können beispielweise Asphaltstraßen im Gegensatz zu Betonstraßen ohne Fugen hergestellt werden. [6]

2.4 Polymermodifizierte Bitumen: PmB

Polymermodifizierte Bitumen (PmB) bestehen in der Regel aus Straßenbaubitumen, in das 3 % bis 5 % Polymere eingearbeitet werden. Die wichtigsten Polymergruppen, die zur PmB - Herstellung genutzt werden, zeigt die folgende Tabelle: [11]

Tabelle 3: Übersicht: Polymergruppen [11]

PE	Polyethylen
SBS	Styrol-Butadien-Styrol
EPDM	Ethylen - Propylen - Dien - Terpolymer
EVA	Ethylen - Venylacetat - Copolymer
ACM	Ethylen - Acrylester - Copolymer
APP	Ataktisches Polypropylen

Die Eigenschaften eines PmB hängen von der Art des Ausgangsbitumens, der Art und Menge sowie der Dispersions-Feinheit der Polymere ab. Gründe für die Verwendung von PmB:

- Weichere Bindemittel bei tiefen Gebrauchstemperaturen (wenig Risse)
- Steifere Bindemittel bei hohen Temperaturen (wenig Spurrinnenbildung)
- Reduktion der Viskosität bei Einbau- und Applikationstemperaturen (leichtere Verdichtbarkeit)
- Reduktion der erforderlichen Einbau- und Applikationstemperaturen
- Erhöhung der Dauerhaftigkeit und Festigkeit von Strassenbelägen
- Erhöhung der Abriebfestigkeit an der Oberfläche von Strassenbelägen
- Erhöhung der Ermüdungsfestigkeit von Belägen
- Reduktion der Dicke von Strassenbelägen
- Erhöhung der Witterungsbeständigkeit
- Erhöhung der Bindemittelfilmdicke
- Realisierung spezieller Straßenbelagskonzepte (offenporiger Asphalt) [12]

Der Zusatz von Polymeren im Bitumen soll im Wesentlichen zu einer Erweiterung der Plastizitätsspanne führen und somit die Standfestigkeit bei höheren Temperaturen verbessern. Zusätzlich wird durch die Polymerzugabe eine wirksamere Haftung an Mineralstoffen angestrebt. Es gibt eine Vielzahl von Polymeren, die unterschiedliche Einflüsse auf das Verhalten der Bitumen haben. Die Wirksamkeit der Polymere hängt von der Polymerart als

auch von der Herkunft des Bitumens ab. Des Weiteren ist die Mischbarkeit des Polymers von Bedeutung. Nur durch homogen hergestellte Mischungen ist eine Verbesserung der Eigenschaften gewährleistet. Die verwendeten Polymere können aus linear oder radial vernetzten kettenförmigen Molekülen bestehen. Aufgrund des Verknüpfungsbestrebens der Polymere bilden sich vernetzte Raumstrukturen aus. Daraus resultiert die Veränderung des Fließverhaltens des polymermodifizierten Bitumens. Polymermodifizierte Bitumen werden zusätzlich in elastomer und thermoplastmodifizierten Bitumen unterschieden. [11]

Für Strassenbeläge und Abdichtungen wird typischerweise das Elastomer SBS beigegeben, welches eine sehr positive Wirkung auf die Elastizität ausübt, jedoch den Nachteil besitzt, dass es relativ oxidations- und temperaturempfindlich ist. [12]

2.5 Alterungsmechanismen von Bitumen

Die Alterung des Bitumens lässt sich in drei Gruppen einteilen, die

- **Verdunstungsalterung** (destillative Alterung)
- **Oxidative Alterung**
- **Strukturalterung**

Die Verdunstungsalterung beruht auf physikalischen Vorgängen. Es werden leichtflüchtige Ölanteile durch thermisch-destillative Vorgänge abgedampft. Mit zunehmender Bitumenhärte nimmt dabei die Neigung zu diesem Vorgang ab. Die oxidative Alterung ist eine chemische Alterung. Der wesentliche Auslöser dieser Alterungsform ist der Luftsauerstoff. [7]

Die Strukturalterung beschreibt die Veränderungen der kolloidalen Struktur des Bitumens und ist als strukturelle Betrachtungsweise der destillativen und oxidativen Alterung und weniger als eigenständige Alterungsform zu sehen. Durch Alterung werden die kolloidal dispergierten Teilchen vergrößert und koagulieren zu größeren Aggregaten. Das Bitumen geht vom Sol zum Gel-Zustand über. Der Gehalt an Asphaltene nimmt zu, jener der Maltene nimmt ab. Durch die fortschreitende Strukturierung gewinnt das Bitumen an Strukturviskosität, es wird härter. Als eigenständigen Effekt kann das sogenannte „physical hardening“ gesehen werden. Physical hardening basiert auf dem Auskristallisieren der im Bitumen enthaltenen Paraffine und Paraffin-ähnlichen Bestandteile (<5 M. %). Dabei nimmt das Bitumen an Steifigkeit zu. Dieser Effekt tritt nicht nur wie weitreichend bekannt bei Temperaturen unter null, sondern bereits ab Temperaturen ab unter 90°C auf. Der Kristallisationsvorgang ist ein exothermer Prozess. Die dabei frei werdende Energie kann mit Hilfe der Differential Scanning Calorimetry (DSC) gemessen werden. Dieser Prozess ist durch abermaliges Aufschmelzen reversibel. [13]

Alle Alterungsformen sind irreversible Prozesse. Die gealterten Bitumen führen zu einer Verschlechterung des Gebrauchsverhaltens des Asphaltbelages. Sie können in der Folge nicht unbegrenzt als Recycling-Bindemittel eingesetzt werden. [7]

Es werden drei Alterungsstufen unterschieden:

- **Frischbitumen**
- **Kurzzeitalterung:** Die Kurzzeitalterung umfasst das Zeitintervall vom Bitumentransport bis zum Einbau (der Bitumentransport zum Asphaltmischwerk, die Heißlagerung, Pumpvorgänge, das Mischen mit Mineralstoffen, Asphalttransport zu Baustelle und der Mischguteinbau)
- **Langzeitalterung:** Bei dieser Alterung spricht man über eine langjährige Liegedauer auf der Straße. Diese Alterungsstufe beginnt gleich nach dem Einbau und umfasst ca. 5 bis 10 Jahren Liegedauer.

Die Abbildung 5 zeigt den typischen Alterungsverlauf.

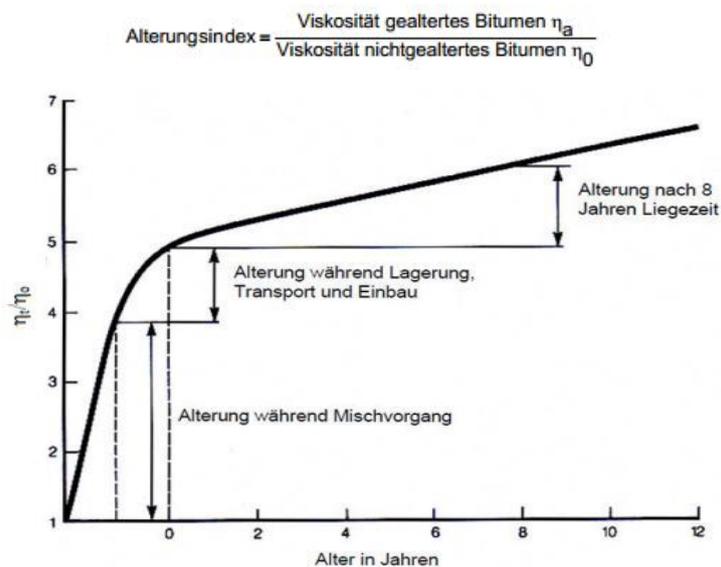


Abbildung 5: Alterungsverlaufs [5]

Es ist möglich die beiden Alterungsstufen im Labor zu simulieren und dazu werden unterschiedliche Verfahren verwendet:

- **Kurzzeitalterung:**
 - (1). **Rolling Thin Film Oven Test – RTFOT** (siehe Kapitel 3.2)
 - (2). **Modified Rolling Thin Film Oven Test - MRTFOT**
 - (3). **Thin Film Oven - TFOT**
 - (4). **Rotating Flask Test – RFT**

➤ **Langzeitalterung:**

- (1). **Pressure Aging Vessel - PAV**
- (2). **Rotating Cylinder Aging Test - RCAT**
- (3). **Long-Term Rotating Flask Test - LTRFT [13]**

In Österreich werden hauptsächlich „RTFOT“ (für die Kurzzeitalterung) und „PAV“ (für die Langzeitalterung) verwendet.

2.6 Bitumenrückgewinnung aus Asphalt

Die Bitumenrückgewinnung aus Asphalt umfasst die Trennung von Bitumen und Gestein und die anschließende Rückgewinnung aus dem Lösungsmittel. Diese Trennung dient auch der Ermittlung des Bindemittelgehalts im Asphalt. Für diesen Prozess werden organische Lösungsmittel verwendet. Zu dieser Gruppe gehören zum Beispiel Toluol, Tetra- und Trichlorethen. Für diese Diplomarbeit werden Toluol und Tetrachlorethen verwendet, weil diese in Österreich am meisten verwendet werden. Gestein und Füller werden aus dem Asphalt durch ein Extraktionsgerät mit einer integrierten Zentrifuge herausgetrennt. Nach der Extraktion wird die Bitumen-Lösungsmittelmischung mit einem Rotationsverdampfer nach EN 12697-3 destilliert. [14]

2.6.1 Lösungsmittel

Organische Lösungsmittel sind Stoffe mit der Fähigkeit, andere Stoffe in Lösung zu bringen. Sie sind flüchtig und häufig leichtflüchtig. Beim Lösevorgang verändern sie weder sich selbst noch die gelösten Verbindungen. Die verschiedenen physikalischen Eigenschaften wie Polarität, Dampfdruck, Siedepunkt und Flüchtigkeit sind entscheidend für den Anwendungsbereich.

Chemisch sind die Lösungsmittel sehr heterogen. Wie Tabelle 4 zeigt, gehören sie verschiedenen Stoffgruppen an. Für die Bitumenrückgewinnung stehen aromatische Kohlenwasserstoffe und deren halogenierte Derivate zur Verfügung. [15]

Tabelle 4: Chemische Einteilung einiger organischer Lösungsmittel [15]

Chemische Stoffgruppen	Wichtigste Vertreter
Kohlenwasserstoffe (R-H)	n-Hexan Benzine Petrol Benzol Xylol Toluol Benzol-Homologe Styrol
Halogenierte Kohlenwasserstoffe (R-Halogen)	Trichlorethen («Tri») Tetrachlorethen (Perchlorethen, «Per») 1,1,1-Trichlorethan Dichlormethan (Methylenchlorid) Tetrachlorkohlenstoff FCKW (fluorierte Kohlenwasserstoffe)

2.6.1.1 Toluol

Toluol ist eine aromatisch riechende, farblose, wasserklare, stark lichtbrechende Flüssigkeit. Sie wird als feuergefährlich eingestuft und verbrennt mit stark leuchtender, rußender Flamme. Toluol dient als Ausgangsprodukt für zahlreiche andere organische Verbindungen wie Benzol, Sprengstoffe (TNT), Polyurethan-Vorprodukte (Toluoldiisocyanate), Benzoesäure, Phenol, Caprolactam und bestimmte Farbstoffe sowie als Beimischung zu Motorkraftstoffen. [16]

Die Tabelle 5 stellt die physikalischen und chemischen Eigenschaften von Toluol dar.

Tabelle 5: Physikalisch Chemische Eigenschaften von Toluol [19]

Physikalisch Chemische Eigenschaften	
Schmelzpunkt	-95° C
Siedepunkt	111° C
Dichte	0,87 g/cm ³
Dampfdruck	Dampfdruck: 29,1 mbar (Temperatur: 20°C) Dampfdruck: 48,9 mbar (Temperatur: 30°C) Dampfdruck: 78,9 mbar (Temperatur: 40°C) Dampfdruck: 123 mbar (Temperatur: 50°C)
Flammpunkt	6°C
Zündtemperatur	Zündtemperatur: 535°C Temperaturklasse: T1 Grenzspaltweite: 1,06 mm Explosionsgruppe: I I A
Explosionsgrenzen	Untere Explosionsgrenze: 1,1 Vol .-% (42 g/m ³) Obere Explosionsgrenze: 7,8 Vol .-% (300 g/m ³) Sauerstoffgrenzkonzentration: ca. 9,6 Vol .-% (bei 100 Grad C) Maximaler Explosionsdruck: (7,7 bar)
Wasserlöslichkeit	Löslichkeit: 470 mg/l Temperatur: 20°C

Hauptemissionsfaktor ist mit ca. 65 % der Kfz-Verkehr, 33 % sind auf den Gebrauch von Toluolprodukten und 2 % auf die Toluolherstellung zurückzuführen. [17]

Toluol wird in der Industrie sehr vielfältig verwendet. Neben der Anwendung als Lösemittel in der chemischen Industrie dient Toluol als Ausgangsprodukt für Produkte in der Sprengstoffindustrie und Klebstoff- und Gummiindustrie, bei der Verarbeitung in der Parfümindustrie und zur Herstellung von Schaumstoffen.

Das natürliche Vorkommen von Toluol in allen Rohölen beschränkt sich auf niedrige Prozentsätze. Ebenso muss mit geringen Anteilen an Toluol in der Luft, Abgasen von Kraftfahrzeugen, Emissionen der Industrie und im Wasser (Trinkwasser) gerechnet werden. Sogar in Nahrungsmitteln und Zigarettenrauch werden Spuren von Toluol nachgewiesen. [18]

In der Industrie wird es hauptsächlich bei der Verarbeitung von Erdöl gewonnen, indem das (durch Cracken erzeugte) *n*-Heptan zu Methylcyclohexan reformiert und danach zu Toluol dehydriert wird. Diesen Vorgang nennt man auch Dehydrocyclisierung. Außerdem fällt Toluol bei der Herstellung von Ethen und Propen an. [17]

Die Abbildung 6 zeigt die Summen – und Strukturformel von Toluol.

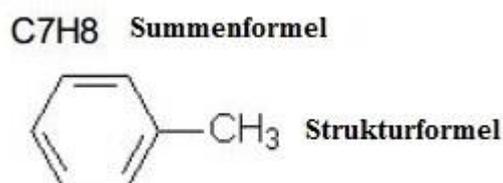


Abbildung 6: Chemische Formel von Toluol [19]

2.6.1.2 Tetrachlorethen

Tetrachlorethen (TCE) ist eine fettlösliche, farblose, nicht brennbare, leichtflüchtige Flüssigkeit, die seit etwa 1950 bevorzugt als Entfettungsmittel in der metallverarbeitenden Industrie und in der Textilreinigung (Chemische Reinigung) verwendet wird.

Da keine biogenen Quellen bekannt sind, kann angenommen werden, dass das TCE in der Umwelt und speziell in Innenräumen auf anthropogene Quellen zurückzuführen ist. Aufgrund seiner Flüchtigkeit gelangt der größte Teil des verwendeten TCEs in die Atmosphäre, wobei die höchsten Konzentrationen in der Umgebung von chemischen Reinigungsbetrieben, Metallentfettungsanlagen und anderen Betrieben, in denen Fettlösungsmittel eingesetzt oder hergestellt werden, ermittelt wurden. In der Atmosphäre erfolgt der Abbau durch das Hydroxyl-Radikal, wobei über Zwischenstufen Kohlenstoffdioxid und Salzsäure entstehen. [20]

Tetrachlorethen wird meist durch Hochtemperatur-Chlorolyse von leichten Kohlenwasserstoffen produziert. Nebenprodukte der Reaktion sind Tetrachlormethan, Chlorwasserstoff und Hexachlorbutadien.

Die Tabelle 6 zeigt die physikalische und chemische Eigenschaften von Tetrachlorethen.

Tabelle 6: Physikalisch Chemische Eigenschaften von Tetrachlorethen [22]

Physikalisch Chemische Eigenschaften	
Schmelzpunkt	-22°C
Siedepunkt	121°C
Dichte	1,62 g/cm ³ (20°C)
Dampfdruck	Dampfdruck: 19,4 mbar (Temperatur: 20°C) Dampfdruck: 32,5 mbar (Temperatur: 30°C) Dampfdruck: 52,5 mbar (Temperatur: 40°C) Dampfdruck: 82,4 mbar (Temperatur: 50°C)
Flammpunkt	6°C
Zündtemperatur	Zündtemperatur: > 650°C Temperaturklasse: T1
Gefährliches Reaktionsverhalten	Zersetzungstemperatur: > 150°C Thermische Zersetzung: Zersetzung bei Lichteinwirkung. Der Stoff zersetzt sich durch Feuchtigkeit, Luft oder Wärme. Zersetzungsprodukte: Chlorwasserstoff, Phosgen, Chlor, Tetrachlorethen, andere giftige Chlorverbindungen wie PCDD, PCDF. Gefährliche chemische Reaktionen: Explosionsgefahr bei Kontakt mit: Alkalimetallen, Aluminium, Alkalihydroxid, Barium, Natriumamid, Sauerstoff/Hitze, Stickstoffdioxid Der Stoff kann in gefährlicher Weise reagieren mit: starken Basen, starken Oxidationsmitteln, Erdalkalimetalle; Leichtmetalle; Metallpulver; Zinkoxid
Wasserlöslichkeit	Löslichkeit t: 0,16 g/l Temperatur: 20°C

Einige weitere Verfahren wurden entwickelt. So die Reaktion von 1,2-Dichlorethan bei 400°C mit Chlor. Die Reaktion wird mit einem Gemisch von Kaliumchlorid und Aluminiumchlorid als Katalysator durchgeführt. Das als Nebenprodukt entstehende Trichlorethen wird durch Destillation abgetrennt. [21]

Abbildung 7 zeigt die Summen – und Strukturformel von Tetrachlorethen.

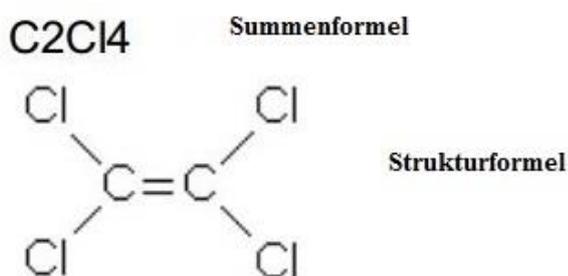


Abbildung 7: Chemische Formel von Tetrachlorethen [22]

2.6.2 Asphaltanalysator (Extraktor)

Mit einer Extraktionsanlage kann das Bindemittel eines Asphaltes vom Gestein getrennt werden. Die zurückgewonnenen Einzelbestandteile lassen sich anschließend auf ihre Eigenschaften untersuchen und es können Rückschlüsse über die Menge und die Art der verwendeten Baustoffe getroffen werden (Korngrößenverteilung, Bindemittel- und Füllergehalt). In dieser Diplomarbeit wird eine automatische Extraktionsanlage vom Hersteller „InfraTest Typ 20449“ verwendet (Abbildung 8)



Abbildung 8: Asphaltanalysator (Extraktor)

Es gibt viele Verfahren zur Extraktion von Bitumen aus Asphalt. Das Verfahren zur Extraktion des Bindemittels muss so wirksam sein, dass nach der Extraktion kein lösliches Bindemittel an den Gesteinskörnern haften bleibt.

Die Technik des Extraktionsverfahrens mit dem Asphaltanalysator in einem geschlossenen Kreislauf ist in den wesentlichen Punkten bis heute unverändert. Das grundlegende Funktionsprinzip für die Untersuchung von Asphaltbaustoffen auf ihre Sieblinie, Bindemittelgehalt und ggf. Bindemittleigenschaften durch:

- Auswaschen des Bindemittels in einer Waschkammer mittels rotierendem Siebkorb
- Abtrennen von Füller und Bitumen/Lösemittel in einer Hochleistungszentrifuge
- Angeschlossener Destillationsanlage zur Trennung von Bindemittel (Bitumen) und Lösemittel
- Trocknen von Mineralstoffen und Füller unter Wiederverwendung des Lösemittels

in einem geschlossenen System ist Stand der Technik. [23]

Bei einem Verfahren wird ein Zentrifugenextraktor verwendet. Das ist ein Extraktionsgerät, das aus einem Kessel und einer Einrichtung besteht. Der Kessel wird mit einer regelbaren Geschwindigkeit gedreht. Das Gerät muss mit einem Auffangbehälter für das aus dem Kessel

herausgeschleuderte Lösemittel und einem Abfluss versehen sein. Das Gerät muss vorzugsweise aus explosions sicheren Teilen bestehen und unter einem Abzug oder einem wirksamen Oberflächen-Absaugsystem installiert sein, um eine Entlüftung sicherzustellen. Die Messprobe ist im Kessel mit Lösemittel zu bedecken, um in einer angemessenen Zeit, aber nicht länger als eine Stunde (EN 12697-1), eine Zersetzung der Messprobe zu ermöglichen. Der Kessel ist mit der Messprobe und dem Lösemittel auf das Extraktionsgerät zu setzen. Der Filterring ist in einem Wärmeschrank bis zur Massekonstanz zu trocknen und vor dem Wägen im Exsikkator abzukühlen. Die Masse des Filterrings ist zu bestimmen, bevor er auf den Rand des Kessels gelegt wird. Der Deckel ist auf den Kessel zu setzen und zu verriegeln, und unter der Abflussöffnung ist ein Becherglas oder ein Kolben zum Sammeln des Extraktes aufzustellen.

Die Zentrifuge ist zunächst mit geringer Drehzahl zu bewegen, und die Geschwindigkeit ist allmählich zu erhöhen, bis kein Lösemittel mehr aus der Abflussöffnung fließt. Es sind jeweils so viele Lösemittelzugaben hinzuzufügen, bis das Extrakt nahezu farblos ist. Das Extrakt und die Schlämme sind in einem geeigneten Behälter zu sammeln. Der Filterring ist vom Kesselrand zu entfernen und an der Luft zu trocknen. Falls Filterringe aus Filz verwendet werden, sind die an der Oberfläche des Ringes haftenden Mineralstoffe abzubürsten und den extrahierten Gesteinskörnungen hinzuzufügen. Der Filterring ist in einem Wärmeschrank bis zur Massekonstanz zu trocknen. Der gesamte Inhalt des Kessels ist sorgfältig in eine Metall-Trockenschale zu überführen und bis zur Massekonstanz zu trocknen. [24]

Ein anderes Verfahren bei der Asphaltextraktion ist Kaltextraktion durch Schüttelbewegung. Die Messprobe ist auf 1 g in den Behälter einzuwiegen. Die Temperatur des Asphalts muss geringer als 90°C sein. Der Behälter ist mindestens 30 Minuten zu schütteln. Anschließend ist der Behälter mindestens 5 Minuten zum Absetzen der Schlämme stehen zu lassen. [24]

Alle Prüfverfahren zur Extraktion sind in der Abbildung 9 dargestellt:

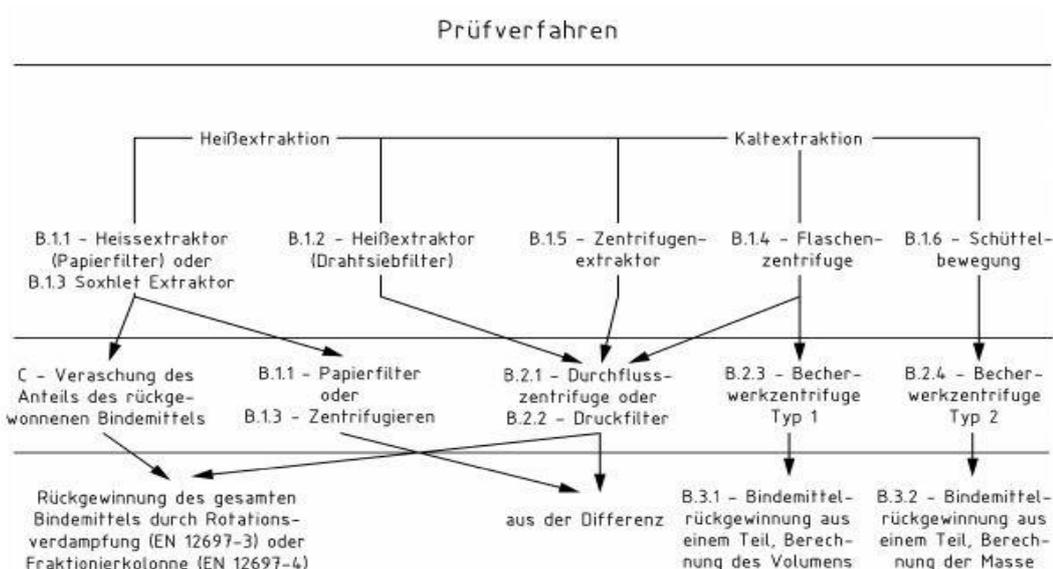


Abbildung 9: Prüfverfahren bei der Asphaltextraktion [24]

2.6.3 Rotationverdampfer

Ein Rotationsverdampfer ist ein speziell entwickeltes Gerät zum schonenden Eindampfen von Lösungsmitteln. Als Verdampfungselement dient ein Heizbad mit rotierendem Kolben, in der die Flüssigkeit als dünner Film auf den heißen Wandflächen verteilt wird und leicht verdunstet kann. Die Verdampferleistung wird durch Heizbadtemperatur, Kolbengröße, Destillationsdruck und Rotationsgeschwindigkeit reguliert. Im Verdampfungsbereich wird das Lösungsmittel über dem Heizbad erwärmt. Im rotierenden Verdampferkolben bildet sich ein dünner Lösungsmittelfilm an der Kolbeninnenfläche, was eine höhere Verdampfungsrate zur Folge hat. Die Rotation bewirkt auch ein gleichmäßiges Durchmischen der Probe und verhindert dadurch eine stationäre Überhitzung im Kolben. Der Lösungsmitteldampf strömt unter hoher Geschwindigkeit in die Kondensationszone des Rotationsverdampfers, dem Kühler. Hier wird die Energie, die im Lösungsmitteldampf aufhalten ist, an das Kühlmedium (meistens Wasser) abgegeben, und das Lösungsmittel kondensiert. Durch die Schwerkraft fließt nun das auskondensierte Lösungsmittel in den Auffangkolben. Der Auffangkolben dient zum Auffangen des kondensierten Lösungsmittels. Das Vakuum dient zur Senkung der Siedetemperatur und somit der Leistungssteigerung der Destillation. [25]

Die Abbildung 10 zeigt den Aufbau eines Rotationsverdampfers.

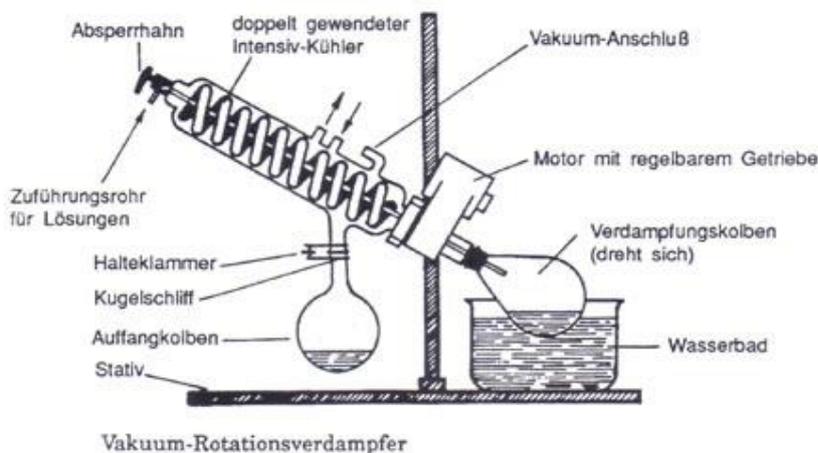


Abbildung 10: Aufbau eines des Rotationsverdampfers [26]

2.6.3.1 Vakuumpumpen

Sie dienen dem Zweck, technisch ein Vakuum zu erzeugen. Dabei unterscheidet man die Vakuumpumpen nach dem von ihnen erzeugten Vakuum und nach ihrer Technik. Technisch gesehen sind Vakuumpumpen eigentlich keine Pumpen, sondern Verdichter. Vakuumpumpen werden je nach ihrem physikalischen Wirkprinzip in Gastransfervakuumpumpen und in gasbindende Vakuumpumpen eingeteilt. Die verwendete Pumpenarten bei den Destillation sind:

➤ **Membranpumpe:** Die Membranpumpe ist eine Maschine zur Förderung von Flüssigkeiten bzw. Gasen, die besonders unempfindlich gegen Dauerbeanspruchung und Verunreinigungen im Fördergut ist.

Ihr Funktionsprinzip ist eine Abwandlung der Kolbenpumpe, wobei jedoch das zu fördernde Medium durch eine Membran vom Antrieb getrennt ist. Sie ähnelt ebenfalls dem Herzen, das aber statt einer mechanisch bewegten Membran kontrahierende Muskeln verwendet.

Der Vorteil dieser Pumpe ist, dass durch die Trennmembran der Antrieb von schädlichen Einflüssen des Fördermediums, beispielsweise Schlämme oder Verunreinigungen in der Pharma- oder Lebensmittelindustrie, abgeschirmt wird. Einer der größten Nachteile der herkömmlichen Kolbenpumpe, das Problem der Abdichtung des Kolbens ist dadurch gelöst.

Die Auslenkung der Membran geschieht entweder hydraulisch, pneumatisch, mechanisch oder elektromagnetisch.

Bei Verwendung einer Membranpumpe liegt der geringste Druck in der Praxis bei ca. 10 mbar, und die erreichbare Heizbadtemperatur ist bei Verwendung eines Ölbad auf etwa 180°C limitiert. [27]

➤ Eine **Drehschieberpumpe** ist eine Verdrängerpumpe für Gase und Flüssigkeiten für Saug- oder Druckaufgaben. Sie besteht aus einem Hohlzylinder (Stator), in dem ein weiterer Zylinder (Rotor) rotiert. Dabei entsteht ein variables Volumen, das weder zur Einlass- noch zur Auslassöffnung eine Verbindung hat, der sogenannte Fördertrakt. Das Fördermedium wird während des Pumpens im abgeschlossenen Fördertrakt verdünnt und wieder verdichtet. Beim Einsatz als Vakuumpumpe wird jedoch ein Gas gefördert, das meistens sogar sehr stark verdünnt ist. Die für das Verdünnen bzw. Verdichten des Mediums im Fördertrakt erforderliche Arbeit ist daher gering, so dass sie zugunsten eines einfachen Aufbaus der Vakuumpumpe in Kauf genommen werden kann. Für andere Anwendungen, insbesondere das Fördern inkompressibler Medien wie Flüssigkeiten, muss durch konstruktive Maßnahmen Abhilfe geschaffen werden - üblicherweise durch Vergrößerung von Ein- und Auslassöffnung. Mit den durch die vergrößerten Öffnungen angepassten Steuerzeiten verschwindet der Fördertrakt und damit das Problem. Beim Gasballastverfahren wird, vor der Kompression des Gases, durch ein kleines Leck Luft in den Schöpfraum gelassen. Dabei wird das Kompressionsverhältnis verringert, so dass das Gas ausgestoßen wird, bevor der Kondensationspunkt erreicht ist. Die Vorteile sind die geringe Volumenstrompulsation, die mittlere Geräuschemission, Arbeit in beider Fließrichtungen und sehr effizient. Die Nachteile sind hoher Verschleiß und eine Arbeitsmöglichkeit nur bei den mittleren Drücke. [28]

Diese Pumpe wird bei den Versuchen mit dem niedrigen Druck von 5 mbar verwendet.

2.6.3.2 Woulfesche Flasche

Die **Woulfesche Flasche** ist ein Laborgerät, meistens aus Glas. Wird eine Wasserstrahlpumpe zum Erzeugen eines Vakuums verwendet, so kann bei einem plötzlichen Abfall des Wasserdrucks das restliche, noch in der Pumpe vorhandene Wasser in die evakuierte Reaktionsapparatur zurückschlagen und so eine chemische Reaktion zum Scheitern bringen oder gefährliche Reaktionen einleiten. Dieses Restwasser wird in einer zwischengeschalteten Woulfeschen Flasche aufgefangen.

Zugleich dient die Woulfesche Flasche als Vakuumreservoir. Deshalb muss sie einem äußeren Überdruck standhalten können.

Oft wird über ein an die Woulfesche Flasche angeschlossenes Manometer auch der Druck in der Versuchsapparatur gemessen. Meist kann man hier die Apparatur mittels eines Ventils belüften bzw. das Vakuum einstellen. [29]

Bei der Verwendung gemeinsam mit einer Drehschieberpumpe dient die Woulfesche Flasche zum Schutz der Drehschieberpumpe vor Lösemitteldämpfen. Es wird auch eine Kältemischung benutzt, genauer gesagt eine Mischung von Trockeneis- und Isopropanol. Trockeneis ist gefrorenes Kohlendioxid, welches bei -79°C gefriert. Kältemischungen werden überwiegend im Labor zur Kühlung eingesetzt. Wegen der besseren Energieübertragung und der hohen Wärmekapazität werden sie gegenüber der Anwendung von festem Trockeneis bevorzugt. Je nachdem, in welchem Verhältnis Trockeneis und das Lösemittel gemischt werden, lassen sich Temperaturen um den Siedepunkt des Trockeneises einstellen.

Die Rotationsverdampfer werden neben dem Abdestillieren von Lösungsmittel für eine Vielzahl anderer Anwendungen verwendet:

- Eindampfen von Lösungen und Suspensionen
- Umkristallisation oder Auskristallisation
- Synthese und Reinigung von Feinchemikalien
- Soxhlet-Extraktion
- Pulver- und Granulattrocknung
- Aufkonzentrieren von Lösungen
- Recycling von Lösungsmittel

Die Siedetemperatur ist im Gegensatz zum Schmelzpunkt sehr druckabhängig. Mit zunehmendem Umgebungsdruck steigt die Siedetemperatur, mit abnehmendem Umgebungsdruck sinkt sie (zum Beispiel ist die Temperatur, bei der das Wasser am Mt. Everest zu kochen beginnt, geringer als auf Meeresebene). Hochsiedende Stoffe können durch verminderten Druck bei tieferer Siedetemperatur destilliert werden. In der Praxis werden Destillationen unter reduziertem Druck durchgeführt (Vakuumdestillation), damit temperaturempfindliche Substanzen keinen Schaden nehmen. Substanzen, deren Siedepunkt von 100°C oder höher ist, werden oft unter Vakuum destilliert, damit als Heizquelle ein Wasserbad verwendet

werden kann. Um diesen Druck zuverlässig einstellen und im Verlauf der Destillation regeln zu können, wird ein Zusatzgerät, ein sogenannter Vacuum Controller notwendig.

Die Kühlleistung des Kühlers, das Vakuum und die Badtemperatur werden so aufeinander abgestimmt, dass der Kühler möglichst gut ausgelastet ist, ohne dass er „durchschlägt“. Ein Kühler „schlägt durch“, wenn nach dem Kühlvorgang ein Kondensat beobachtet wird oder wenn die Pumpe dauernd saugt, um einen vorgegebenen Druck aufrecht zu erhalten. Ein Kühler ist optimal ausgenutzt, wenn zwei Drittel mit Kondensat beschlagen sind. Das letzte Drittel wirkt als Sicherheitsbarriere bei Druckschwankungen einerseits, andererseits für „mitgeschleppte“ tiefsiedende Lösungsmittel (Vereinigung). Das Charakteristikum eines Rotationsverdampfers ist der rotierende Verdampferkolben. Die Rotation wird so gewählt, dass sowohl im Bad als auch im Kolbeninnern maximale Turbulenz herrscht. Diese Turbulenz ist abhängig von Kolbengröße, Füllgrad und Fließeigenschaften (Viskosität) der Substanz. Grundsätzlich gilt:

Je höher die Rotation, desto höher die Destillierleistung

Wird die Rotation so hoch, dass der Inhalt durch die Fliehkraft wie in einer Zentrifuge an die Wand gepresst wird und die Rotation mitmacht, dann wird die Turbulenz wieder deutlich kleiner. Folge: Die Verdampferleistung sinkt. Ebenfalls gilt:

Je grösser der Verdampferkolben, desto höher die Destillierleistung

Die EN 12697 gibt für der Verdampferkolben ein Fassungsvermögen von 1000 ml vor. Für alle Destillationen werden aber Verdampferkolben mit einem Volumen von 250 ml genutzt, weil die Destillation sonst zu schnell beendet und die Zeitdauer für die praktische Anwendung (größere Lösemittelmengen) nicht repräsentativ wäre.

In einer Destillierapparatur wird im Verdampferkolben somit dauernd aus einem (kleinen) Flüssigkeitsvolumen das tausend bis zwanzigtausendfache Gasvolumen freigesetzt. Da der Raum für eine solche Ausdehnung beschränkt ist, entsteht ein Druck. Dieser Druck bewirkt, dass die Gasteilchen von der Verdampferseite auf die Kondensationsseite strömen. Findet am Kühler auch tatsächlich eine Kondensation statt, so wird aus dem (riesigen) Gasvolumen schlagartig wieder das kleine Flüssigkeitsvolumen. Es entsteht ein örtliches Vakuum. Aufgrund dieser Druckdifferenz zwischen höherem Druck im Verdampferkolben und örtlichem Vakuum am Kühler strömen große Volumina an Gasen (Dämpfen) mit hoher Geschwindigkeit vom Verdampferkolben an den Kühler. Man nennt diese treibende Kraft Thermische Pumpe. [25]

In Abbildung 11 ist der verwendete Rotationsverdampfer dargestellt. Der ist von dem Typ **Heidolph Laborota 4000** efficient mit Ölbad (Rapsöl) und eine Pumpe von dem Typ **ILMVAC GmbH 4000482**.



Abbildung 11: verwendeter Rotationsverdampfer

3. ANGEWANDTE PRÜFMETHODEN

3.1 Prüfung der Probekörper mit dem Dynamischen Scherrheometer DSR (EN 14770)

An Asphaltbefestigungen werden in Folge des ständig zunehmenden Verkehrsaufkommens immer höhere Anforderungen gestellt. Als wichtigste Anforderungen seien die Widerstandsfähigkeit gegen Ermüdung, Verformung und thermische Rissbildung genannt. Dem Ingenieur kommt hierbei die schwierige Aufgabe zu, einen Asphalt konzipieren zu müssen, der möglichst allen Anforderungen gleichzeitig gerecht wird. Das dieses in der Vergangenheit nicht immer gelungen ist, liegt zum Teil an den stark konkurrierenden Anforderungen, wie derjenigen nach ausreichendem Widerstand gegen Verformung bei Wärme und gegen Rissbildung bei Kälte, aber auch an fehlenden rheologischen Kenngrößen, mit denen das komplizierte Spannungs-Verformungs-Verhalten von Asphalten im gesamten Gebrauchstemperaturbereich besser beschrieben werden könnte. Die Kenntnis rheologischer Kenngrößen ist Grundlage für eine bessere Abschätzung des rheologischen Verhaltens von Bindemitteln und hilfreich für eine sicherere Prognose des mechanischen Verhaltens von Asphalten. Rheologische Kenngrößen an Bitumen können zum Beispiel mit dem Dynamischen Scherrheometer (DSR) ermittelt werden. [30]

3.1.1 Allgemeine Beschreibung des DSR

Mit einem DSR können eine Vielzahl verschiedene Versuche durchgeführt werden. Dazu zählen Oszillations-, Kriech-, Druck- und Zugversuche. Nachfolgend wird der Oszillationsversuch beschrieben, womit die Versuche durchgeführt werden.

➤ Oszillationstest

Unter einem Oszillationstest wird ein Schwingungstest verstanden. In einem Dynamischen Scherrheometer werden bei bestimmten Temperaturen und mit bestimmten Frequenzen oszillierende Scherbelastungen auf eine Probe aufgebracht. Konstante Spannungen bzw. Deformationen rufen ein Drehmoment hervor, welches die Probe beansprucht. Im Dynamischen Scherrheometer (DSR) werden die resultierenden Scherverformungen bzw. Spannungen sowie die Zeitverzögerung zwischen Spannung und Verformung gemessen. [30]

Die folgenden rheologischen Kenngrößen können aus den Messdaten eines DSR-Versuches in der Betriebsart Oszillation gemessen werden:

1. Phasenverschiebungswinkel δ
2. Komplexer Schubmodul $|G^*|$
3. Speichermodul G'
4. Verlustmodul G''

Der Phasenverschiebungswinkel δ ist definiert als der Winkel der Phasenverschiebung zwischen der oszillierend aufgetragenen, sinusförmigen Spannung und der resultierenden sinusförmigen Scherverformung. Der komplexe Schubmodul $|G^*|$ ist ein Maß für den Gesamtwiderstand einer Probe gegenüber Scherverformungen. Die Größe der reversibel in der Substanz gespeicherten und zurückgewonnenen Deformationsenergie (elastischer Anteil) wird durch den Speichermodul G' zum Ausdruck gebracht. Der Verlustmodul G'' ist ein Maß für die Größe der irreversibel von der Substanz an die Umgebung abgegebene und damit verlorene Energie (viskoser Anteil). [31]

➤ **Eigenschaften**

(1) Elastisches Verhalten :

Sehr vereinfacht kann gesagt werden: „Ein Festkörper (= elastisch) wehrt sich dagegen, deformiert zu werden“ (Deformation γ). Je weiter zum Beispiel ein Gummiband gedehnt werden soll, desto mehr Kraft ist erforderlich. Wie schnell die Ausdehnung vor sich geht (Belastungsgeschwindigkeit), hat auf die erforderliche Kraft keinen Einfluss. Übertragen auf das Kurbeltriebmodell bedeutet das, dass in jenen Stellungen, wo die höchste Deformation auftritt (90° und 270°), auch die höchste Spannung erforderlich ist, um die Schwingung durchführen zu können. [31]

Spannung und Deformation stehen in direktem Zusammenhang und haben bei derselben Stellung des Kurbeltriebes ihr Maximum bzw. Minimum. Dies kann durch zwei phasengleiche Sinusschwingungen dargestellt werden, d.h. es gibt keine Phasenverschiebung zwischen der eingebrachten Spannung und der daraus resultierenden Deformation (Abbildung. 12). [31]

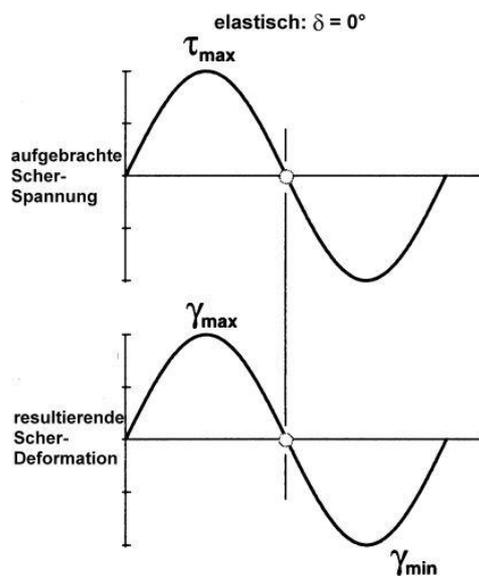


Abbildung 12: Verlauf von Spannung und Deformation, elastisches Verhalten [31]

(2) Viskoses Verhalten:

Sehr vereinfacht kann auch gesagt werden: „Eine Flüssigkeit (= viskos) wehrt sich dagegen, schnell deformiert zu werden“ (Deformationsgeschwindigkeit D). Lässt man zum Beispiel die flache Hand durch Wasser gleiten, so ist umso mehr Kraft erforderlich, je schneller man dies tun möchte (Schergeschwindigkeit). Wie weit man die Hand durchs Wasser gleiten lässt (Deformation), spielt für die dafür benötigte Kraft keine Rolle. Übertragen auf das Kurbeltriebsmodell bedeutet das, dass in jenen Stellungen, wo die höchste Verformungsgeschwindigkeit auftritt (0° und 180°), auch die höchste Spannung erforderlich ist, um die Schwingung durchführen zu können. Spannung und Verformungsgeschwindigkeit (Scherrate) stehen in direktem Zusammenhang und haben bei derselben Stellung des Kurbeltriebes ihr Maximum bzw. Minimum. [31]

Spannung und Deformation stehen in indirektem Zusammenhang und haben bei verschiedenen Stellungen des Kurbeltriebes ihr Maximum bzw. Minimum (um 90° versetzt). Dies kann durch zwei um 90° phasenversetzte Sinusschwingungen dargestellt werden (Abbildung 13), d.h. es gibt eine Phasenverschiebung von 90° zwischen der eingebrachten Spannung und der daraus resultierenden Deformation. [31]

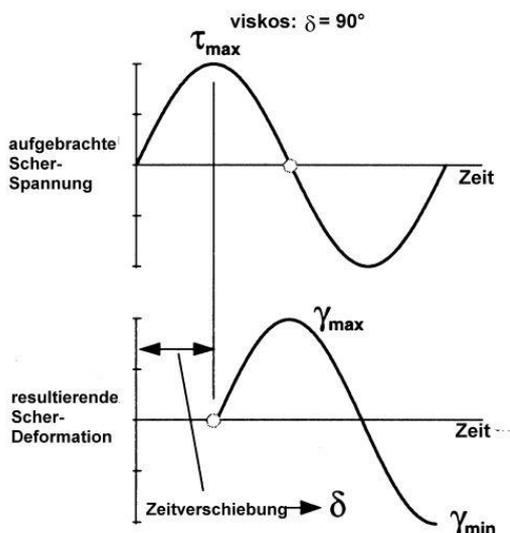


Abbildung 13: Verlauf von Spannung und Deformation, viskoses Verhalten [31]

(3) Viskoelastisches Verhalten:

Da reale Substanzen nie zu 100 % elastisch oder viskos sind sondern immer zwischen diesen beiden Extremen liegen, spricht man hier von viskoelastischem Verhalten. Wird eine viskoelastische Substanz mit einem Rheometer vermessen, so liegen die Messergebnisse hinsichtlich ihres Viskositäts- bzw. Elastizitätsverhaltens immer zwischen den Werten von idealen Flüssigkeiten (= 100 % viskos) und idealen Festkörpern (= 100 % elastisch). Die Sinusschwingung der aufgebrachten Spannung und der resultierenden Deformation sind weder pha-

sengleich noch um 90° verschoben. Die Phasenverschiebung liegt immer zwischen 0° und 90° . [31]

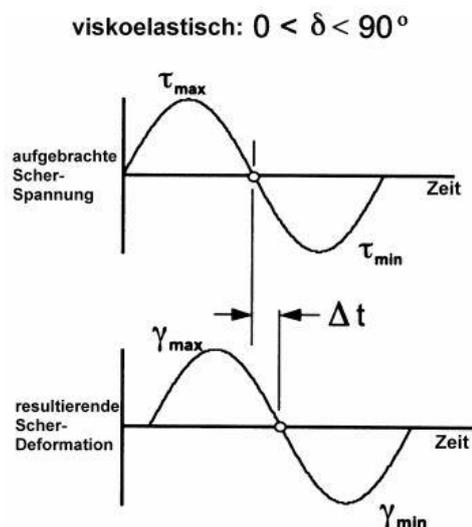


Abbildung 14: Verlauf von Spannung und Deformation, viskoelastisches Verhalten [31]

(4) Phasenverschiebungswinkel:

Der Phasenverschiebungswinkel δ gibt Auskunft darüber, ob sich eine Substanz eher elastisch ($\delta =$ gering) oder eher viskos ($\delta =$ hoch; aber immer geringer als 90°) verhält (Abbildung 14)

Messtechnisch erfasst wird der Zeitunterschied zwischen den Extremwerten der eingebrachten Spannung und den Extremwerten der daraus resultierenden Deformation. Unter Berücksichtigung der Frequenz kann daraus der Phasenverschiebungswinkel δ berechnet werden:

$$\delta = \frac{\Delta t}{t} \cdot 360^\circ$$

Gleichung 1 [31]

δ ...Phasenverschiebungswinkel [$^\circ$]

Δt ...Zeitverschiebung zwischen τ_{\max} und γ_{\max} [s]

tZeit für eine Schwingung [s]

$$t = \frac{1}{f}$$

Gleichung 2 [31]

tZeit für eine Schwingung [s]

f ...Frequenz [Hz]

(5) Komplexer Schubmodul $|G^*|$:

Der komplexe Schubmodul $|G^*|$ gibt Auskunft darüber, mit welchem Kraftaufwand sich eine Substanz verformen lässt.

$|G^*|$ **hoch** \Rightarrow **schwer verformbar**

$|G^*|$ **niedrig** \Rightarrow **leicht verformbar**

$|G^*|$ stellt den Widerstand dar, den eine Substanz einer Verformung (Scherung) entgegenhält. Dieser

Widerstand kann in zwei Komponenten aufgeteilt werden (G' und G''):

G' stellt den elastischen Anteil dar; Speichermodul (Realteil von $|G^*|$)

G'' stellt den viskosen Anteil dar; Verlustmodul (Imaginärteil von $|G^*|$)

$$|G^*| = G' + iG'' = \frac{\tau}{\gamma} \quad \text{Gleichung 3 [31]}$$

Mit Hilfe eines Vektordiagramms lässt sich der Zusammenhang zwischen G' , G'' und $|G^*|$ darstellen:

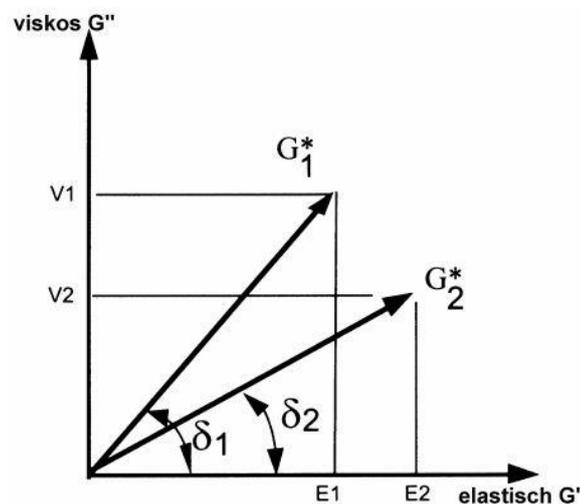


Abbildung 15: viskoelastisches Verhalten [31]

nach Pythagoras gilt:

$$|G^*| = \sqrt{(G')^2 + (G'')^2} \quad \text{Gleichung 4 [31]}$$

Dieser Wert wird üblicherweise mit $|G^*|$ bezeichnet.

Daraus läßt sich ableiten:

$$G' = |G^*| \cdot \cos \delta$$

$$G'' = |G^*| \cdot \sin \delta$$

Gleichung 5 [31]

In Abbildung 15 ist der komplexe Schubmodul $|G^*|$ von zwei verschiedenen Substanzen dargestellt. $|G_1^*|$ und $|G_2^*|$ sind gleich lang und haben somit denselben Wert, d.h. der Widerstand beider Substanzen gegen Scherung ist gleich. Der elastische Anteil G' bzw. der viskose Anteil G'' ist aber für jede Substanz verschieden. Dies wird durch den Winkel δ ausgedrückt, den der jeweilige $|G^*|$ -Vektor mit der Abszisse einschließt. Dieser Winkel entspricht dem Phasenverschiebungswinkel. Die Substanz 1 ($|G_1^*|$) hat demnach einen höheren viskosen Anteil als die Substanz 2 ($|G_2^*|$), da der eingeschlossene Phasenverschiebungswinkel δ_1 größer ist als δ_2 . Eine etwaige Verformung wird daher bei Substanz 1 eher bleibend sein als bei Substanz 2. [31]

Je höher der komplexe Schubmodul, desto höher der Widerstand gegen Verformungen.

Je höher der Phasenverschiebungswinkel, desto viskoser reagiert das Bitumen.

Die oben genannten rheologischen Größen werden mittels eines Dynamischen Scherrheometer DSR gemessen. Hier wird nicht wie beim „Zwei-Platten-Modell“, das ein reines Gedankenmodell ist, eine Platte über einer anderen feststehenden Platte linear hin- und herbewegt, sondern eine runde Platte über einer anderen stillstehenden Platte drehend hin- und herbewegt (Oszillation). D.h. die untere Platte steht still, die obere Platte führt eine drehende Schwingung durch (Abbildung 16). Zwischen den zwei Platten ist die Prüfsubstanz (Bitumen) kraftschlüssig „eingespannt“. [31]

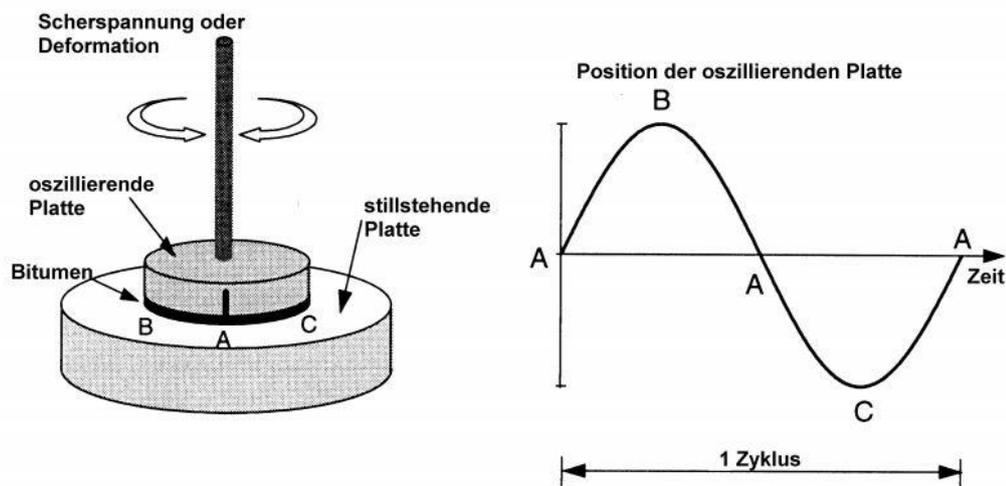


Abbildung 16: Arbeitsweise DSR, Prinzipskizze [31]

Wenn die obere Platte oszilliert, führt die Markierung an der oberen Platte (schwarzer Strich) eine Bewegung vom Punkt A nach Punkt B durch. Von dort bewegt sie sich wieder zurück über Punkt A nach Punkt C und schließlich zurück in die Ausgangsstellung nach Punkt A. Eine Folge dieser Bewegungen (A-B-A-C-A) wird Zyklus genannt.

In dieser Diplomarbeit wird ein Versuchsprogramm mit folgenden Parametern realisiert:

- **Temperatursweep:** 30°C bis 80 °C in 10 K Schritten
- **Frequenzsweep:** 0,1 Hz; 1 Hz; 3 Hz; 5 Hz; 10 Hz
- **Messgeometrie:** PP25
- **Bitumenspalt:** 1 mm

Prüfergebnisse :

- **Komplexer Schubmodul** $|G^*|$ [Pa]
- **Phasenverschiebungswinkel** δ [°]

3.1.2 Versuchsdurchführung

Die Untersuchungen wurden mit einem Platte-Platte-Messsystem durchgeführt. Die Platte hat einen Durchmesser von 25 mm. Der Messspalt beträgt während der Prüfung bei allen Versuchen 1 mm.

Zu Beginn der Versuchsdurchführung ist der DSR zu justieren, in dem die Nulleinstellung (Nullpunkt) zwischen den beiden Platten ermittelt wird. Der Nullpunkt wird bei der mittleren Messtemperatur (55°C) ermittelt, die sich nach Gleichung 6 berechnet:

$$(30+80)/2=55^{\circ}\text{C}$$

Gleichung 6

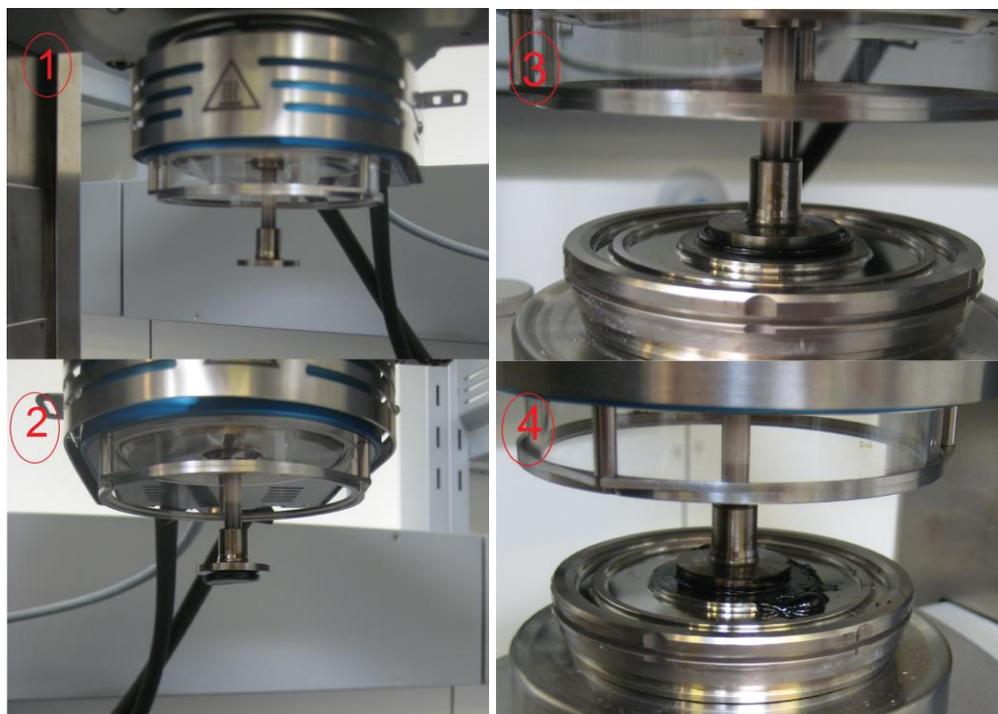


Abbildung 17: Einlegen der Bitumenprobe in den DSR

Anschließend wird das jeweilige Probematerial bei ebenfalls 55°C in den DSR eingelegt. Nach dem Aufkleben der Bitumenprobe auf die obere Platte des DSR wird die obere Platte mit dem Stempel soweit herabgefahren, dass ein Spalt zwischen den beiden Platten von 1,05 mm entsteht. Dadurch wird die Probe belastet und sie entweicht seitlich. Anschließend wird die Probe getrimmt, d.h. der überstehende Probenanteil wird mit Hilfe eines geeigneten, erwärmten Werkzeugs (Spatel) abgeschnitten. Wurde der überstehende Probenanteil entfernt, entsteht beim Herunterfahren der Platte auf 1 mm Messspalt eine leichte Wölbung nach außen. Den gesamten Vorgang zeigt die Abbildung 17.

Anschließend wird die Starttemperatur des Prüfprogramms (30°C) eingestellt. Eine thermische Ausgleichszeit von 10 Minuten ist unbedingt einzuhalten. Längere thermische Ausgleichszeiten beeinflussen die Messergebnisse nicht signifikant. [31]

Anschließend wird der Versuchsdurchlauf gestartet; die Messwerte werden mit Hilfe der gerätespezifischen Software (**RheoWin**) automatisch erfasst und die rheologischen Kenndaten bestimmt. Abschließend werden die Platten des Messsystems mit Toluol gereinigt, so dass ein neuer Versuch gestartet werden kann. Die Abbildung 18 zeigt das verwendete Dynamischen Scherrheometer der Firma „**Thermo Scientific Typ Haake MARS II**“.



Abbildung 18: Das verwendete DSR

3.2 Alterungsmethode RTFOT (EN 12607)

Die EN 12607 legt ein Verfahren zur Bestimmung der kombinierten Wirkungen von Wärme und Luft auf einen rollierenden dünnen Film aus Bitumen oder bitumenhaltigem Bindemittel fest, mit dem die Verhärtung eines bitumenhaltigen Bindemittels während des Mischvorgangs in einer Asphaltmischanlage simuliert wird. Das beschriebene Verfahren ist für einige modifizierte Bindemittel und für Bindemittel, deren Viskosität zu hoch ist, sodass sich kein rollierender Film erzeugen lässt, nicht anwendbar. Derartige Proben können über den Glasbehälter hinaus kriechen und während der Prüfung auf die Heizelemente der Wärmekammer fließen. Die Prüfung wird als RTFOT-Verfahren („**Rolling Thin Film Oven Test**“) bezeichnet, d. h. Prüfung mit rollierendem dünnen Film. [32]

Dieser Versuch soll die Bitumenveränderung während folgender „Lebensabschnitte“ des Bindemittels simulieren:

- *Bitumentransport*
- *Heißlagerung*
- *Pumpvorgänge*
- *Mischen im Mischwerk*
- *Mischgutlagerung im Heißsilo*
- *Asphalttransport zur Baustelle*
- *Mischguteinbau*

Da während dieses Bitumen-Lebensabschnittes meist hohe Temperaturen herrschen (ca. 120°C – 185°C) und das Bitumen ständig mit Luftsauerstoff in Berührung ist, wurde der RTFO-Test dahingehend ausgelegt, diesen Bedingungen möglichst zu entsprechen. Somit kann davon ausgegangen werden, dass die Bitumenveränderung im RTFOT in ihrer Qualität (und Quantität) der tatsächlichen, während der oben aufgezählten Vorgänge stattfindenden, weitgehend entspricht.

Die Bitumenalterung mit dem RTFOT hat das Altern von Bitumen zum Ziel, das dann mit anderen Methoden weiter geprüft wird.

Zur Durchführung dieses Versuches ist ein spezieller Ofen erforderlich. (Abbildung 19).



Abbildung 19: RTFOT – Gerät

Dieser Ofen ist elektrisch beheizbar. Im Inneren befindet sich ein Ventilator, der die konstante Lufttemperatur von 163°C im gesamten Heizraum verteilt. An der Rückseite des Innenraumes

rotiert eine vertikal stehende Flaschentrommel, in welche acht spezielle, mit je 35 g Bitumen gefüllte „RTFOT-Flaschen“ gesteckt werden können (Abbildung 20). Durch die langsame Rotation der Trommel bildet sich in den horizontal liegenden Flaschen ein dünner, ständig fließender Bitumenfilm. Somit wird eine möglichst große Oxidationsoberfläche erzeugt. Diese Oxidation wird außerdem durch einen Luftstrahl, der an der tiefsten Stelle der Trommel durch die Flaschenöffnung bläst, verstärkt. Diese Luft wird vorher ebenfalls auf 163°C erwärmt.

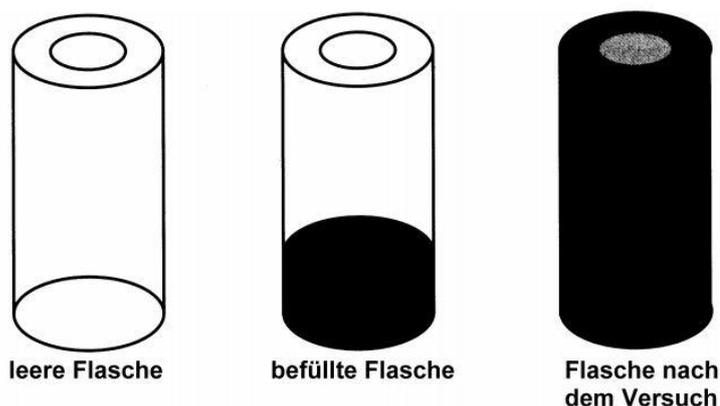


Abbildung 20: RTFOT – Flaschen [31]

Das RTFOT-Gerät muss mindestens 1 Stunde auf 163°C vorgeheizt werden. Die 8 Flaschen werden mit je 35 g Bitumen gefüllt. Zwei dieser Flaschen müssen auf 0,001 g genau zur Bestimmung der Massenveränderung gewogen werden. Hierbei darf das Bitumen nicht über 150°C erhitzt werden, um es nicht schon beim Befüllen thermisch zu schädigen. Modifizierte Bindemittel bilden hier eine Ausnahme, denn sie müssen auf 185°C erhitzt werden, um durch langsames Umrühren eine Homogenisation zu ermöglichen.

Nach der 1-stündigen Ofenvorheizphase werden die 8 Flaschen horizontal in die Flaschentrommel im Ofen gesteckt. Nachdem der Ofen geschlossen wurde, muss die Ofentemperatur, die durch das Öffnen der Ofentüre etwas abgesunken ist, nach längstens 15 Minuten wieder 163°C erreichen. Dies setzt eine entsprechende Heizleistung voraus. Nach Schließen der Ofentüre wird die Flaschentrommel mit 15 U/Min in Rotation versetzt. Der Luftdurchfluss der Luftdüse wird auf 4.000 ml/Min eingestellt.

Nach 85 Minuten (75 Minuten Alterungsdauer plus 10 Minuten ab Schließen der Ofentüre bis 163°C), dem Ende des Prozesses wird die Trommelrotation wieder gestoppt und die Flaschen werden entnommen. 6 Flaschen (alle außer den 2 Flaschen für die Masseveränderungsbestimmung) werden in eine Dose geleert und das Bitumen durch langsames Umrühren homogenisiert.

Zur Bestimmung des Masseverlustes werden die zwei dafür vorgesehenen Gläser, nachdem sie abgekühlt sind, wieder auf 0,001 g genau gewogen. Nachdem der Mittelwert der Bitumenmasse aus den beiden Gläsern ermittelt wurde, kann mit folgender Formel die Masseveränderung berechnet werden:

$$M_{\text{verlust}} [\%] = \frac{M_{\text{original}} [\text{g}] - M_{\text{gealtert}} [\text{g}]}{M_{\text{original}} [\text{g}]} \cdot 100$$

Gleichung 7 [32]

• **Zusammenfassend gilt für den Rolling Thin Film Oven Test:**

(1) Prüfbedingungen:

- **Temperatur:** 163°C (±1°C)
- **Alterungsdauer:** 75+10 Min = 85 Min
- **Drehzahl Flaschenhalter:** 15 U/Min (±0,2 U/Min)
- **Luftmenge:** 4.000 ml/Min (±200 ml/Min)
- **Bitumenmenge:** 6 x 35 g (±0,5 g) = 210 g
2 x 35 g (±0,001g) = 70 g (Masseveränderung)

(2) Prüfergebnisse :

Die Bitumenkonditionierung mit dem RTFOT liefert kein Ergebnis, sondern kurzzeitlaborgealtertes Bitumen für weiterführende Prüfmethode. [31]

4. VERSUCHSPROGRAMM

Für alle Versuche und Prüfungen wird ein polymermodifiziertes RTFOT-gealtertes Bitumen von der Sorte PmB 45/80-65 genutzt. Die Ergebnisse werden einen Hinweis geben, wie der Einfluss von den Lösungsmitteln Toluol und Tetrachlorethen auf das Bitumen ist und wie diese Chemikalien die Eigenschaften der geprüften Proben ändern. Damit die Ergebnisse einen größeren Bereich abdecken, werden die Versuche mit verschiedene Bitumen – Lösungsmittelkonzentrationen durchgeführt. Für jede Versuchsprobe werden drei Varianten der Lagerungsdauer (2, 24 und 48 Stunden) verwendet. So wird ermittelt, welche Bedeutung bzw. welchen Einfluss die unterschiedlichen Lagerungsdauern auf die Prüfproben haben. Das Versuchsprogramm umfasst zusätzlich Kombinationen der Einflussfaktoren Temperatur und Druck, während der Rückgewinnung im Rotationsverdampfer. Mit diesen unterschiedlichen Varianten wird ermittelt, wie Destillationsparameter auf Lösungsmittelrückstand und Bitumeneigenschaften einwirken

In diesem Prüfprogramm wird auch ein Versuch ohne Lösungsmittel als Ausgangsbasis durchgeführt. Die Ergebnisse von diesem Versuch werden, die Veränderungen der Bitumeneigenschaften infolge Lösungsmittelkontakt beschreiben. Alle Auswertungen der Ergebnisse werden zu diesem Basisversuch ohne Lösungsmittel bezogen.

4.1 Bitumensorte

Die Versuche werden mit einem polymermodifizierten kurzzeitgealterten Bitumen der Sorte PmB 45/80-65 durchgeführt. Bei diesem Bitumen liegt die Nadelpenetration bei 25° C zwischen 4,5 und 8,0 mm und hat einen Erweichungspunkt Ring und Kugel größer gleich 65°C. Die Alterung des Bitumens wird mit Hilfe des RTFOT im Labor durchgeführt.

4.2 Bitumenkonzentration in Lösung

Die Bitumenkonzentration liegt im Bereich von 12,5 g bis 30 g. Durch das Verhältnis zwischen Masse des Bitumens [g] und Gesamtvolumen [ml] wird die Konzentration des Bitumens im Lösungsmittel in Prozent [%] berechnet.

$$\left[\frac{\text{Masse}(\text{Bitumen})}{\text{Gesamtvolumen}} \right] * 100 = \text{Bitumenkonzentration} [\%] \quad \text{Gleichung 8}$$

Es gibt vier unterschiedliche Bitumenkonzentration (2,5, 10, 25, 100) und für jede Variante werden die Proben vorbereitet und anschließend mit dem DSR geprüft.

4.3 Lagerungsdauer

Für die Lagerungsdauer gibt es drei verschiedene Zeitdauern, die 2, 24 und 48 Stunden umfassen. Während dieser drei Zeitdauern bleiben das Bitumen und das Lösungsmittel in Kontakt, damit die volle Wechselwirkung der beiden Stoffe miteinander erreicht werden kann. Auf diese Weise wird die Bedeutung der Lagerungsdauer und des Lösemittelrückstandes auf die Bitumeneigenschaften bestimmt.

4.4 Destillationsparameter Temperatur und Druck

Die Destillationsparameter werden in Temperatur und Druck unterschieden. Für diese Diplomarbeit werden drei Temperatureinstellungen und vier Druckeinstellungen verwendet und miteinander kombiniert (siehe Tabelle 7). Von den daraus resultierenden 5 Kombinationen (K1-K5) werden 6 Programme zusammengestellt. Die EN 12697-3 gibt bestimmte Kombinationen vor (Programm 1 und 2).

Für jede Art von Lösungsmitteln existieren aufgrund verschiedener Siedepunkte unterschiedliche Ausführungen. In dieser Diplomarbeit werden Toluol und Tetrachlorethen verwendet. Für beide Lösungsmittel werden jeweils die drei Kombinationen (Programm 1-3, siehe Tabelle 7) der Destillationsparameter genutzt.

Die Kombinationsprogramme werden in bis zu drei Phasen unterteilt. Das erste Programm hat drei Phasen und Programm zwei und drei haben jeweils zwei Phasen. Für die Versuche ohne Lösungsmittel wird das gleiche Destillationsprogramm genutzt wie für Tetrachlorethen mit Ausnahme des Programms 2. Die Verwendung dieser Programme und die Kombination der Parameter sind in der Programmmatrix dargestellt (Tabelle 7). Der gesamte Destillationsprozess wird auf Basis von diesen Programmen durchgeführt. Der ursprünglich geplante Druck waren 2 mbar, das hat die Destillationsanlage jedoch nicht geschafft, daher wurden alle Destillationen mit einem Druck von 5 mbar durchgeführt.

Tabelle 7: Programme und Phasen bei Toluol und Tetrachlorethen

	TOLUOL			TETRACHLORETHEN/OHNE LÖSEMittel		
	Programm 1	Programm 2	Programm 3	Programm 1	Programm 2	Programm 3
Phase 1	I 110 °C 400 mbar variabel	III 110 °C 400 mbar variabel	K1 110 °C 400 mbar variabel	II 110 °C 300 mbar variabel	K2 110 °C 300 mbar variabel	110 °C 300 mbar variabel
Phase 2	2 160 °C I 20 mbar 15 min.	160 °C 20 mbar 15 min.	160 °C IV 5 mbar 15 min.	160 °C 20 mbar 15 min.	K3 160 °C 20 mbar 15 min.	K5 160 °C 5 mbar 15 min.
Phase 3	3 180 °C 20 mbar 15 min.	-	-	K4 180 °C 20 mbar 15 min.	-	-

4.5 Probenvorbereitung

Die Probenvorbereitung umfasst 3 Schritte. Für den ersten Schritt wird ein leerer Erlemeyenkolben mit einem Volumen von 500 ml benutzt und mit einer analytischen Waage eingewogen. Eine bestimmte Bitumenmenge (siehe Tabelle 8) wird in diesen Kolben gefüllt (Abbildung. 21:1). Nach dem Einfüllen wird das Abkühlen der Probe abgewartet und anschließend wird der Kolben mit der Bitumenprobe nochmals gewogen. Anschließend wird das Lösungsmittel in den Kolben hinzugefügt (Abbildung. 21:2). Der zweite Schritt ist das Lösen im Ultraschallbad (Abbildung. 21:3). Die Arbeitsweise des Ultraschallbads besteht aus dem Schwingen einer Masse mit hoher Frequenz und geringer Amplitude. Bei der großen Bitumenmenge und kurzen Lagerungsdauer von 2 Stunden ist sonst kein Auflösen des Bitumens möglich. Wenn alle Vorbereitungsschritte durchgeführt wurden, werden die Proben für drei unterschiedliche Zeitdauern gelagert.



Abbildung 21: gefüllte Kolben mit dem Bitumen (1); gefüllte Kolben mit dem Bitumen und mit Lösungsmittel (2); Ultraschallbad (3); Destillation durch Rotationsverdampfer (4)

Für den letzten und dritten Schritt der Probenvorbereitung sind ein Rotationsverdampfer (Abbildung. 21:4) und ein Trockenschrank notwendig. Die Proben werden zuerst mit Hilfe des Rotationsverdampfers bei den in der Tabelle 7 aufgelisteten Programmen destilliert. Der Destillationsprozess dient zur Trennung des Bitumens von den Lösungsmitteln. Die Prozessdauer ist von dem Programmtyp abhängig und kann auch bei Proben mit gleichem Programm ein wenig voneinander abweichen. Das Ziel ist eine möglichst gleiche Dauer, damit auch die

thermische Einwirkung gleich ist. Die Proben werden jeweils vor und nach der Destillation im kalten Zustand gewogen. Das Bitumen wird für die Destillation ohne Lösungsmittel direkt in den Rundkolben gefüllt. Wenn alle diese Prozeduren erfüllt sind, kommt der Trockenschrank zum Einsatz. Die schon getrennten und gewogenen Bitumenproben werden in den Trockenschrank gestellt, damit das Bitumen schmelzen und entnommen werden kann. Die Bitumenproben bleiben im Trockenschrank für ungefähr 20 Minuten bei einer Temperatur von 180°C (Abbildung 22, links). Danach wird das heiße Bitumen in eine Metalldose geleert um abzukühlen. Damit ist die dritte Stufe der Probenvorbereitung beendet (Abbildung. 22, rechts). Alle Schritte müssen sehr präzise durchgeführt werden um bei der Gravimetrie genaue Ergebnisse erzielen zu können.



Abbildung 22: Trockenschrank mit destillierter Bitumenprobe (links); fertige Probe für DSR-Versuch (rechts)

4.6 Prüfmatrix und Probenbezeichnung

4.6.1 Prüfmatrix

In dieser Diplomarbeit ist es eine bestimmte Prüfmatrix festgelegt (Tabelle 8). In dieser Prüfmatrix wird eine Darstellung über Konzentration, Lagerungsdauer, Bitumenmenge und alle Destillationsprogramme gezeigt. Diese dient zu eine Erleichterung der Probenvorbereitung und umfasst alle notwendigen Informationen für jede Prüfprobe. Alle Probenvorbereitungen werden auf der Basis dieser Prüfmatrix durchgeführt

Tabelle 8: Prüfmatrix

Lösungsmittel	Konzentr. [% (m/v)]	Gesamt- volumen [ml]	Bitumen [g]	Lagerung [h]	Destillationsprogramm		
					180°C 20 mbar	160°C 20 mbar	160°C 5 mbar
Ohne Lösemittel	100	30	30	N/A	+	-	+
Toluol	2,5	500	12,5	2	+	3	3
Toluol	2,5	500	12,5	24	+	-	+
Toluol	2,5	500	12,5	48	+	-	+
Toluol	10	300	30	2	+	-	+
Toluol	10	300	30	24	-	-	-
Toluol	10	300	30	48	-	-	-
Toluol	25	120	30	2	+	-	+
Toluol	25	120	30	24	-	-	-
Toluol	25	120	30	48	-	-	-
Tetrachlorethen	2,5	500	12,5	2	+	3	3
Tetrachlorethen	2,5	500	12,5	24	+	-	+
Tetrachlorethen	2,5	500	12,5	48	+	-	+
Tetrachlorethen	10	300	30	2	+	-	+
Tetrachlorethen	10	300	30	24	-	-	-
Tetrachlorethen	10	300	30	48	-	-	-
Tetrachlorethen	25	120	30	2	+	-	+
Tetrachlorethen	25	120	30	24	-	-	-

Legende:

(+) - Versuch : **JA**

(-) - Versuch : **NEIN**

(**3**) - 3-fach Versuch (für bessere Statistik)

N/A - Probe ohne Lagerungsdauer

Für die Versuche, die mit einer Temperatur von 160°C und einem Druck von 20 mbar bzw. 5 mbar durchgeführt werden, werden 3 gleiche Probe für beide Destillationsprogramme vorbereitet. Das Ziel ist es einen Mittelwert zu bekommen bzw. eine statistische Sicherheit. Mit Hilfe dieser Proben wird auch festgestellt, welchen Einfluss unterschiedlicher Druck bei gleicher Temperatur hat und ob es einen Unterschied gibt.

4.6.2 Probenbezeichnung

Nachdem eine große Anzahl an unterschiedlichen Proben geprüft wird, wurde ein eigener Laborcode entwickelt, um das Arbeiten mit den Proben zu erleichtern (Tabelle 9). Dieser Laborcode wird in weiterer Folge auch für die Darstellung und Auswertung der Ergebnisse verwendet. Dieser Code umfasst alle Daten wie die Bitumen- und Lösungsmittelart, die Lagerungsdauer und das Destillationsprogramm.

Die folgende Tabelle gibt eine Übersicht über die Nomenklatur des Laborcodes:

Tabelle 9: Laborcodierung für die Proben

LABORCODE		
o.LM	Toluol	Tetrachlorethen
B288B_LRTF_ROLM_T180_P20	B288B_LRTF_RTOL_K2,5_L02_T180_P20	B288B_LRTF_RTET_K2,5_L02_T180_P20
B288B_LRTF_ROLM_T160_P05	B288B_LRTF_RTOL_K2,5_L02_T160_P20_V1	B288B_LRTF_RTET_K2,5_L02_T160_P20_V1
	B288B_LRTF_RTOL_K2,5_L02_T160_P20_V2	B288B_LRTF_RTET_K2,5_L02_T160_P20_V2
	B288B_LRTF_RTOL_K2,5_L02_T160_P20_V3	B288B_LRTF_RTET_K2,5_L02_T160_P20_V3
B288B_LRTF_RTOL_K2,5_L02_T160_P05_V1	B288B_LRTF_RTOL_K2,5_L02_T160_P05_V1	B288B_LRTF_RTET_K2,5_L02_T160_P05_V1
	B288B_LRTF_RTOL_K2,5_L02_T160_P05_V2	B288B_LRTF_RTET_K2,5_L02_T160_P05_V2
	B288B_LRTF_RTOL_K2,5_L02_T160_P05_V3	B288B_LRTF_RTET_K2,5_L02_T160_P05_V3
B288B_LRTF_RTOL_K2,5_L24_T180_P20	B288B_LRTF_RTOL_K2,5_L24_T180_P20	B288B_LRTF_RTET_K2,5_L24_T180_P20
	B288B_LRTF_RTOL_K2,5_L24_T160_P05	B288B_LRTF_RTET_K2,5_L24_T160_P05
	B288B_LRTF_RTOL_K2,5_L48_T180_P20	B288B_LRTF_RTET_K2,5_L48_T180_P20
B288B_LRTF_RTOL_K2,5_L48_T160_P05	B288B_LRTF_RTOL_K2,5_L48_T160_P05	B288B_LRTF_RTET_K2,5_L48_T160_P05
	B288B_LRTF_RTOL_K10_L02_T180_P20	B288B_LRTF_RTET_K10_L02_T180_P20
	B288B_LRTF_RTOL_K10_L02_T160_P05	B288B_LRTF_RTET_K10_L02_T160_P05
B288B_LRTF_RTOL_K25_L02_T180_P20	B288B_LRTF_RTOL_K25_L02_T180_P20	B288B_LRTF_RTET_K25_L02_T180_P20
	B288B_LRTF_RTOL_K25_L02_T160_P05	B288B_LRTF_RTET_K25_L02_T160_P05

Legende:

Bxxx : Laborcode Bitumensorte

LRTF : Laboralterung des Bitumens (RTFOT)

Rxxx : Art des verwendeten Lösungsmittels (Tol= Toluol, Tet= Tetrachlorethen)

Kxx : Konzentration [%]

Lxx : Lagerungsdauer [h]

Txxx : Temperatur [°C]

Pxx : Druck [mbar]

5. ERGEBNISSE UND INTERPRÉTATION

In diesem Kapitel wird der Einfluss von Lösungsmitteln auf Bitumeneigenschaften erklärt. Das wird mit Hilfe von zwei angewandten Prüfmethode (DSR und Gravimetrie) erfüllt. Zuerst werden die Ergebnisse von der Gravimetrie erläutert. Das Destillationsprogramm umfasst insgesamt 32 Proben, von welchen 30 Proben Kontakt mit dem Lösungsmittel haben und zwei Proben keinen Kontakt haben. Die Proben ohne Lösungsmittel spielen eine Rolle bei der Bestimmung der thermischen Einwirkung.¹

5.1 Gravimetrie

5.1.1 Methodik

Was ist Gravimetrie? Unter Gravimetrie versteht man die Veränderung der Masse des Bitumens durch die Destillation bzw. Lösungsmittel. Diese Veränderung wird durch das Verhältnis zwischen der Bitumenmasse von der Einwaage des Bitumens und die erhaltene Bitumenmasse nach dem Abdampfen des Lösungsmittels berechnet (Bitumen Auswaage). Mit der Hilfe von zwei Formeln ist es möglich die Veränderung in Prozent [%] (Gleichung 10) oder in Gramm (Gleichung 11) zu errechnen. Eine Zunahme bedeutet, dass im Bitumen noch ein Teil des Lösungsmittels enthalten ist. Das kann eine Ursache für die Veränderung der Bitumeneigenschaften sein (es wird weich). Deshalb sollte der Lösungsmittelrückstand im Bitumen so gering wie möglich sein. Es wird ein Lösungsmittelrückstand im Bitumen von rund 1 % angestrebt.

$$\left(\frac{100}{\text{Bitumen Einwaage}} * \text{Bitumen Auswaage}\right) - 100 = \Delta \text{Bitumenmasse} [\%] \quad \text{Gleichung 10}$$

$$\text{Bitumen Auswaage} - \text{Bitumen Einwaage} = \Delta \text{Bitumenmasse} [g] \quad \text{Gleichung 11}$$

Die nachfolgenden Kapitel zeigen die Auswertung getrennt in die verschiedenen Parameter (Lösungsmittel, Konzentration, Lagerung, Destillationsprogramm).

5.1.2 Auswertung infolge Konzentration

Die Proben werden in drei verschiedenen Bitumen – Lösungsmittelkonzentrationen vorbereitet. Bei den Diagrammen ist zum Vergleich auch immer die rein thermisch behandelte Probe enthalten. Es werden zwei Lösungsmittelarten (Toluol und Tetrachlorethen) verwendet, und in einem Säulendiagramm dargestellt. In diesem Kapitel werden zwei verschiedene Destillationsprogramme bewertet. Erste Variante ist ein Vergleich zwischen den Ergebnissen von Toluol und Tetrachlorethen im Vergleich zu der Probe ohne Lösungsmittel bei einer Destillation mit 180°C und 20 mbar und die zweite Variante ist bei einer Temperatur von 160°C und 5 mbar. So ist es auch möglich einen Unterschied zwischen beiden Programmen abzulesen.

Auf der horizontalen Achse dieser Diagramme sind die Probenbezeichnung und auf der vertikalen Achse die Ergebnisse für die Masseveränderung (in Prozent) nach dem Destillations-

prozess dargestellt. Mit diesen Säulendiagrammen soll gezeigt werden, ob und welchen Zusammenhang zwischen der Lösungsmittelart, der Konzentration, und dem Lösemittelrückstand besteht.

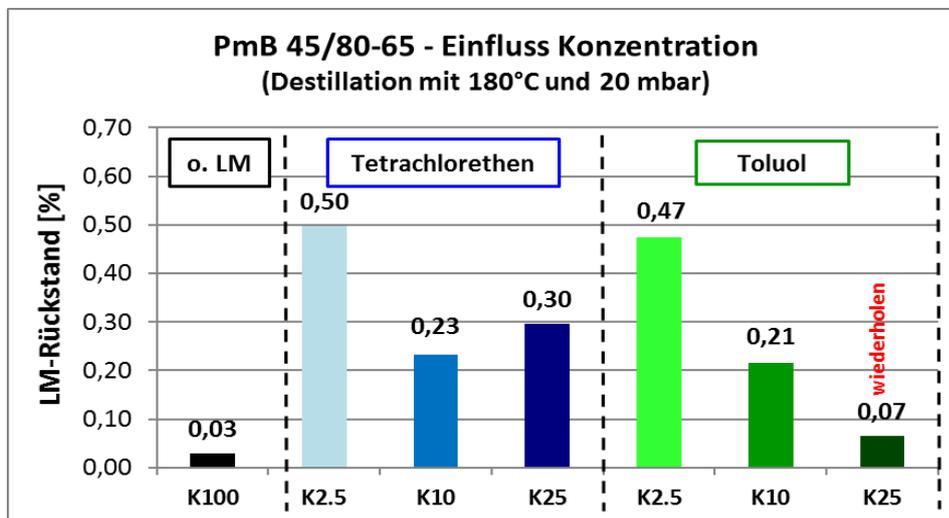


Abbildung 23: LM-Rückstand infolge Konzentration bei 180°C und 20 mbar

Die Abbildung 23 stellt die Ergebnisse nach der Destillation von Toluol und Tetrachlorethen im Vergleich zu der Probe ohne Lösungsmittel (K100) dar. Es zeigt deutlich, dass bei den Ergebnissen von Toluol und Tetrachlorethen kaum Unterschiede vorhanden sind. Es ist offensichtlich, dass die Proben mit höherer Konzentration (K10, K25) den niedrigeren Rückstand besitzen. Die Werte dieser beiden Proben sind etwa die Hälfte des Lösemittelrückstandes der Probe mit der niedrigsten Konzentration (K2,5). Der Lösemittelrückstand von 0,07 % bei K25 (Toluol) ist vermutlich falsch oder ein statistischer Ausreißer, sonst sind die Proben K10/K25 immer fast gleich. Deshalb empfiehlt es sich mehrere gleiche Proben herzustellen, damit es genauere Ergebnisse für den Rückstand gibt.

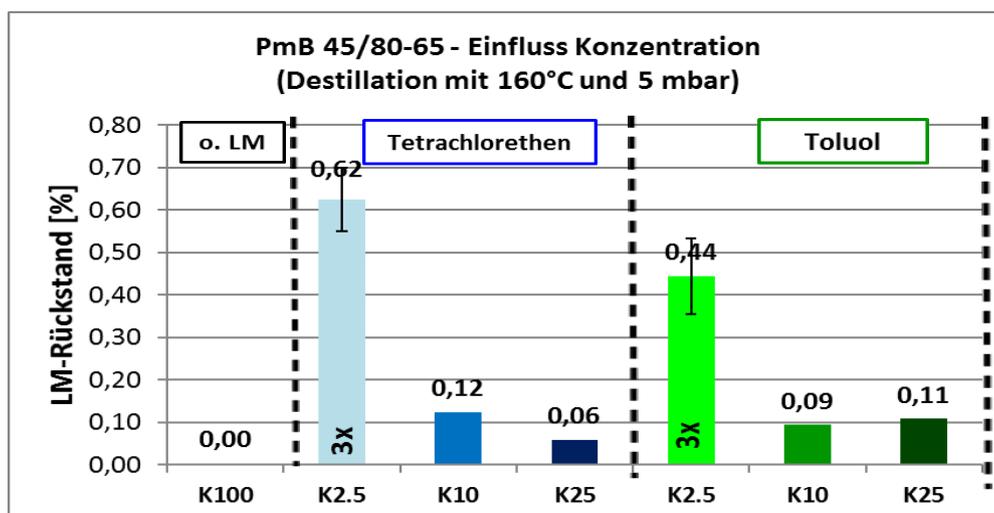


Abbildung 24: LM-Rückstand infolge Konzentration bei 160°C und 5 mbar

Die Abbildung 24 zeigt die Rückstände in Folge Konzentration bei dem Destillationsprogramm mit einer Temperatur von 160°C und dem Druck von 5 mbar. Die Ergebnisse der Proben mit den niedrigsten Konzentrationen (K2,5) sind Mittelwerte von jeweils 3 gleichen Proben. Das Diagramm zeigt auch die Standardabweichung dieser Proben, ein Maß dafür, wie weit die Werte um den Mittelwert streuen. Die Ergebnisse des Lösungsmittelrückstands bei diesen Proben sind ähnlich wie bei vorigem Destillationsprogramm mit höherer Temperatur und höherem Druck. Bei Proben mit niedriger Konzentration (K2,5) haben die unterschiedlichen Destillationsprogramme kaum einen Einfluss. Auf die Proben mit Konzentrationen von 10 % und 25 % wirkt sich die niedrige Temperatur und Druck anders aus und diese Proben weisen kleinere Lösungsmittelrückstände im Vergleich zu vorigem Destillationsprogramm auf. Bei den Proben mit Tetrachlorethen sind die Rückstände größer als jene mit Toluol. Der Grund liegt wahrscheinlich bei dem höheren Siedepunkt von Tetrachlorethen (Tetra 121°C, Toluol 111°C).

Als Zusammenfassung ist es möglich zu sagen, dass die höhere Bitumenkonzentration unabhängig vom Destillationsprogramm zu geringem Lösungsmittelrückstand führt.

5.1.3 Auswertung in Folge der Lagerungsdauer

Die Lagerungsdauer beschreibt die Dauer, in denen das Bitumen zusammen mit dem Lösungsmittel gelagert wurde. Die Lagerungsdauer beginnt, sobald das Bitumen mit dem Lösungsmittel in Kontakt kommt. Das Prüfprogramm umfasst 3 verschiedene Lagerungsdauer (2, 24 und 48 Stunden). Die Lagerungsdauer umfasst auch das Lösen im Ultraschallbad (1 Stunde). Die EN 12697-3 gibt vor, dass die Bitumenlösung in einen Glasbehälter zu überführen und bis zum Beginn der Destillation zur Rückgewinnung des Bitumens, jedoch nicht länger als 20 Stunden im Dunkeln zu lagern ist. Bei dieser Diplomarbeit wird eine Lagerungsdauer von 48 Stunden verwendet, um zu prüfen, ob die Lagerungsdauer tatsächlich eine Auswirkung auf den Lösungsmittelrückstand und die Bitumeneigenschaften hat.

In Abbildung 25 ist zu sehen, dass bei beiden Lösungsmitteln die Ergebnisse ähnlich sind. Bei jeder Lagerungsdauer sind die erhaltenen Werte des Rückstandes fast gleich. Nur bei der Probe mit Tetrachlorethen und der Dauer von 24 Stunden ist der Rückstand sehr klein im Vergleich zu den restlichen Proben. Der Grund dafür ist vermutlich ein Fehler beim Wiegen der Probe. Um solche Fehler zu vermeiden, ist es besser, wenn man mindestens 3 gleiche Proben herstellt.

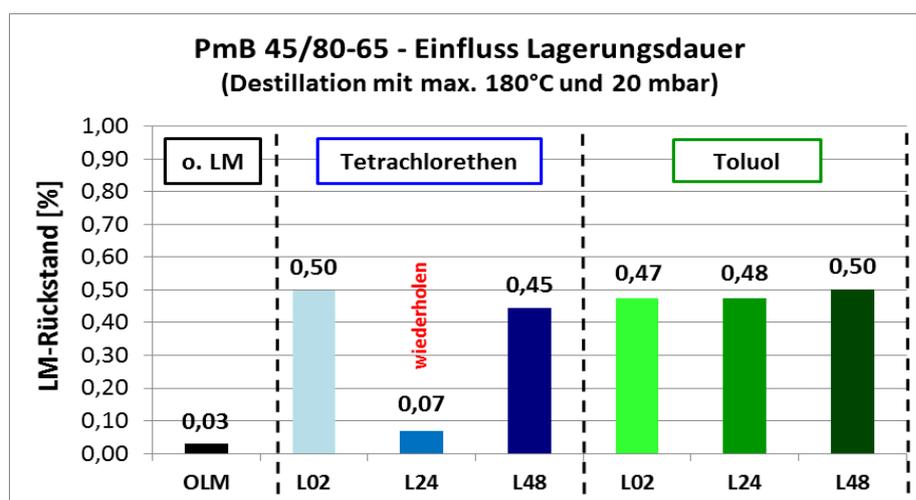


Abbildung 25: LM-Rückstand infolge Lagerungsdauer bei 180°C und 20 mbar

Die folgende Abbildung 26 stellt ebenfalls die Lagerungsdauer dar, aber mit anderem Destillationsprogramm, sowie auch die Standardabweichung dieser Proben. Dies dient zum Vergleich zwischen beiden Destillationsprogrammen (180°C/20 mbar und 160°C/5 mbar). Das Diagramm zeigt deutlich, dass auch bei kürzerem Destillationsprogramm die Ergebnisse aller Proben wieder sehr ähnlich sind. Zwischen dem kürzeren und dem längeren Destillationsprogramm gibt es fast keinen Unterschied. Nur nach der Verwendung von Tetrachlorethen sind bei dem kürzeren Destillationsprogramm die Rückstände etwas größer. Das ist vermutlich aufgrund des höheren Siedepunkts bei Tetrachlorethen.

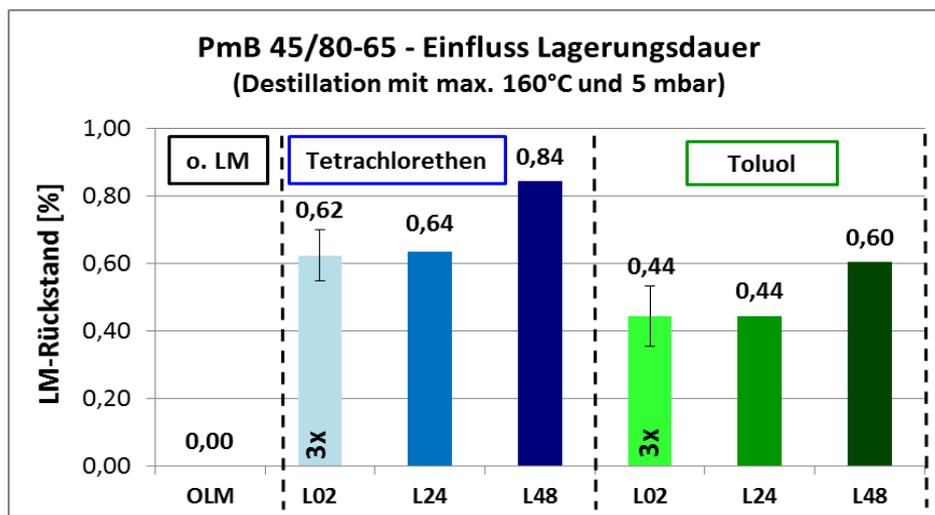


Abbildung 26: LM-Rückstand infolge Lagerungsdauer bei 160°C und 5 mbar

Man erkennt in den Diagrammen, dass die Lagerungsdauer keinen Einfluss auf den Lösungsmittelrückstand hat. Das trifft sowohl bei Toluol als auch bei Tetrachlorethen zu. Weiters spielt auch das Destillationsprogramm keine signifikante Rolle beim Lösungsmittelrückstand.

5.1.4 Auswertung in Folge der Destillationsparameter Temperatur und Druck

In dieser Diplomarbeit werden drei Destillationsprogramme mit unterschiedlichen Temperatur- Druckkombinationen verwendet. Der Vergleich der Proben beider Lösungsmittel wird mit einem Druck von 5 mbar und 20 mbar mit einer Temperatur von 160°C sowie einem Programm mit einer Temperatur von 180°C und einem Druck von 20 mbar durchgeführt. So wird eine Antwort auf die Frage gegeben, welchen Einfluss die Destillationsparameter auf den Lösungsmittelrückstand haben.

Im Kapitel 4.4 ist alles detailliert über die Destillationsphasen und die Destillationsprogramme dargestellt.

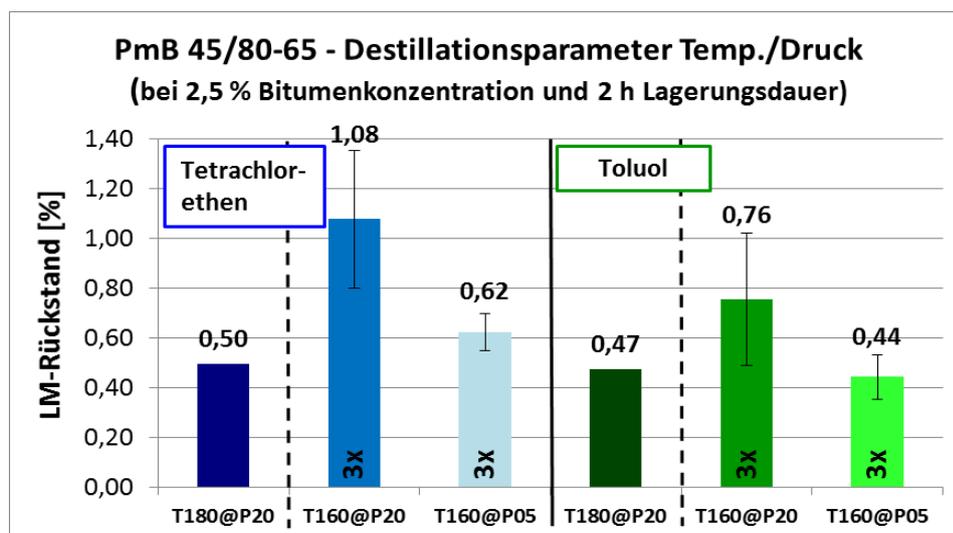


Abbildung 27: LM-Rückstand infolge Destillationsparameter bei 2,5 % Bitumenkonzentration und 2 h Lagerungsdauer

Die Abbildung 27 zeigt einen Vergleich zwischen Proben mit verschiedener Temperatur und verschiedenem Druck nach der Verwendung von Tetrachlorethen und Toluol. Dieser Vergleich zeigt auch das Verhalten dreier Proben mit gleichem Destillationsprogramm. Alle Proben sind mit einer Bitumenkonzentration von 2,5 % und sind für 2 Stunden gelagert worden.

Von diesem Diagramm ist es möglich zu bestimmen, welchen Einfluss die Temperatur und der Druck auf die Destillationsergebnisse haben. Bei dem Vergleich mit Toluol ist die Masseänderung kleiner als bei der Destillation mit Tetrachlorethen. Es ist offensichtlich, dass bei der Probe, die mit einer Temperatur von 180°C und einem Druck von 20 mbar destilliert wurde weniger Lösungsmittel im Bitumen zurück bleibt als im Vergleich zu dem Programm mit niedriger Temperatur aber gleichem Druck. Das bedeutet, dass die höhere Temperatur des Destillationsprozesses den Lösungsmittelgehalt verringert. Grund dafür ist die geringere Viskosität des Bitumens bei 180°C. Für die jeweils drei Proben, die mit gleichem Destillationsprogramm durchgeführt wurden, sind der Mittelwert und die Standardabweichung mit den Fehlerbalken dargestellt. Man kann deutlich sehen, dass der geringere Druck (5 mbar) das Lösungsmittel in der Probe bei gleicher Temperatur (160° C) reduziert. Der Rückstand ist bei allen Varianten zum Teil deutlich unter dem gewünschten Rückstand von 1 %.

5.2 Dynamischer Scherrheometer (DSR)

Dieses Kapitel zeigt die Auswertung bzw. Auswertungsmöglichkeiten eines DSR-Versuchs. Das gesamte Prüfprogramm umfasst 32 Proben, 30 davon sind im Kontakt mit den Lösungsmitteln.

Die Änderung der Bitumeneigenschaften von jeder Probe wird mit Hilfe des komplexen Schubmoduls $|G^*|$ in [Pa] und dem Phasenwinkel δ in $[\circ]$ beschrieben. Der komplexe Schubmodul charakterisiert den Widerstand gegen Verformung des Bitumens und der Phasenwinkel stellt die Größe des elastischen bzw. viskosen Anteils des Bitumens dar. Je größer der Phasenwinkel ist desto viskoser reagiert das Bitumen. Alle Versuche werden mit folgenden Parametern durchgeführt:

- **Temperatursweep:** 30°C bis 80°C in 10 K Schritten
- **Frequenzsweep:** 0,1 Hz; 1 Hz; 3 Hz; 5 Hz; 10 Hz
- **Messgeometrie:** PP25
- **Bitumenspalt:** 1 mm

Die Ergebnisse werden eine Information geben, welchen Einfluss die unterschiedlichen Parameter auf die Bitumeneigenschaften haben und somit wird es eine Antwort auf die Frage über die Bedeutung des Lösungsmittels geben. Da es 5 verschiedene Frequenzen bei den Messungen gibt und die gleichzeitige Darstellung nicht sinnvoll ist (Lesbarkeit), werden zwei Frequenzen ausgewählt. Der Schubmodul wird mit einer Frequenz von 1 Hz und der Phasenwinkel mit einer Frequenz von 0,1 Hz dargestellt. Je höher die Frequenz ist, desto steifer ist das Bitumen und desto ähnlicher reagieren verschiedene Bitumen. Die gewählte Frequenz für den Phasenwinkel ist 0,1 Hz, weil je geringer die Frequenz ist, desto größer sind die Unterschiede beim Phasenwinkel. Es gibt keine signifikanten Unterschiede, wenn die Ergebnisse innerhalb der Präzision von $\pm 10\%$ (wiederholbarer Bereich in den Diagrammen) liegen.

Das Diagramm in der Abbildung 28 stellt die Ergebnisse bei einer Frequenz von 1 Hz zweier Proben dar. Eine Probe ist nicht ein modifiziertes Straßenbitumen 70/100 und das andere ist ein polymermodifizierte Bitumen der Sorte PmB 45/80-65. Die Grunddiagramme sehen für alle Versuche so aus und stellen den Zusammenhang zwischen dem komplexen Schubmodul und dem Phasenverschiebungswinkel dar. Diese Messung wurde im Zuge einer anderen Diplomarbeit durchgeführt.

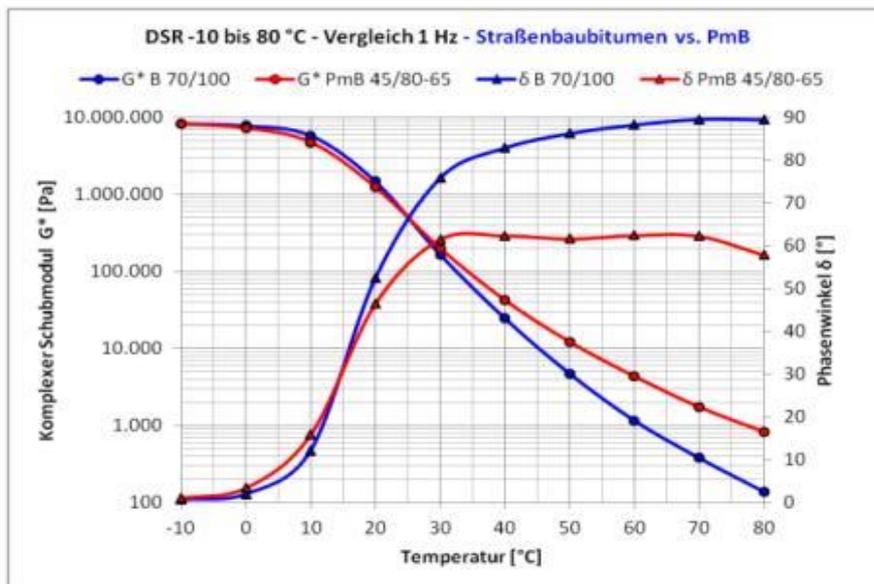


Abbildung 28: DSR -10°C bis +80°C – Vergleich 1 Hz – StraÙenbaubitumen vs. PmB [13]

Je größer der komplexe Schubmodul desto größer ist der Widerstand gegen Verformung. Die Linie des Schubmoduls fällt mit der Erhöhung der Temperatur und sein Wert wird kleiner, wenn das Bitumen seine Resistenz gegen Verformung verliert.

Der Phasenwinkel zeigt im Gegensatz zum Schubmodul einen völlig anderen Verlauf. Im Verlauf des Phasenwinkels erkennt man die Wirkung von SBS. Während das StraÙenbaubitumen bei 80°C in den flüssig-plastischen Zustand übergeht und beinahe keine Steifigkeit mehr aufweist, zeigt das PmB ab einer Temperatur von etwa 25°C höhere Steifigkeiten und damit auch eine höhere Standfestigkeit. Der Grund dafür liegt in der vernetzenden Eigenschaft des SBS, welches sich beim Phasenwinkel ab einer Temperatur von etwa 30°C im dafür typischen Verlauf eines Plateaus zeigt. Diese elastischen Eigenschaften, verhindern bzw. verringern lastbedingte irreversible Verformungen. [13]

5.2.1 Thermische Einwirkung

In diesem Kapitel wird die thermische Einwirkung des Rotationsverdampfers mit unterschiedlichen Destillationsprogrammen auf das Bitumenverhalten gezeigt. Diese Destillationsprogramme umfassen zwei Temperatur - und Druckkombinationen. Es wird erläutert, welchen Einfluss die thermische Einwirkung auf die Bitumeneigenschaften hat. Dies wird mit Hilfe der drei Proben ohne Lösungsmittelkontakt erfüllt. Eine dieser Proben ist ohne thermische Behandlung und dient als Referenz. Die beiden anderen zwei Proben werden mit zwei unterschiedlichen Destillationsprogrammen behandelt.

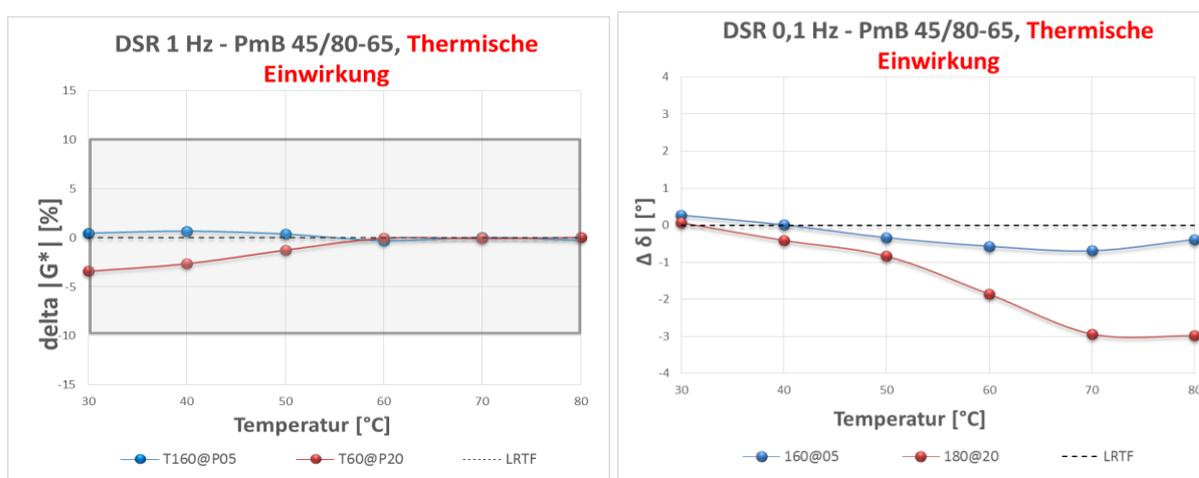


Abbildung 29: Relative Veränderung der Schubmoduli, links; Absolute Veränderung des PmB Phasenwinkels, rechts

In Abbildung 29 (links) ist die Veränderung des Schubmoduls in Prozent dargestellt. Die Nulllinie ist dabei die Probe ohne thermische Behandlung und sie wird für den Vergleich mit den zwei anderen Proben verwendet. Es ist sichtbar, dass es keine Veränderungen gibt. Alle Ergebnisse liegen im wiederholbaren Bereich von $\pm 10\%$.

Die Abbildung 29 (rechts) zeigt die Veränderung des Phasenwinkels. Die thermische Einwirkung hat auch keine signifikante Auswirkung auf dem Phasenwinkel

Das bedeutet, dass die thermische Einwirkung im Rotationsverdampfer keinen Einfluss auf die Bitumeneigenschaften hat.

5.2.2 Einfluss von Lösungsmitteln auf die Bitumeneigenschaften in Folge Konzentration

In diesem Kapitel wird der Einfluss von Lösungsmitteln auf die Bitumeneigenschaften in Folge Konzentration bei unterschiedlichen Konzentrationen untersucht. Das Prüfprogramm wird mit drei verschiedenen Bitumenkonzentrationen durchgeführt. Die Untersuchung wird mit zwei unterschiedlichen Destillationsprogrammen ausgeführt.

Die erste Untersuchung wird für das Destillationsprogramm mit einer Temperatur von 180°C und einem Druck von 20 mbar durchgeführt. In Abbildung 30 sind zwei Diagramme infolge unterschiedlicher Konzentrationen dargestellt. Die Proben bei beiden Diagrammen sind mit dem gleichen Destillationsprogramm durchgeführt worden und unterscheiden sich nur in der Lösungsmittelart und in der Konzentration. Diese Diagramme beschreiben die relative Veränderung des Schubmoduls von diesen drei Proben im Vergleich zu einer Probe ohne Lösungsmittel. Auf diese Weise wird der Einfluss des Lösungsmittels in Zusammenhang mit der Konzentration auf das Bitumenverhalten bestimmt. Es ist eindeutig, dass nach der Verwendung jeder Lösungsmittelart eine positive Veränderung der Proben im Vergleich zu der Probe ohne Lösungsmittel stattfindet.

Der Kontakt mit Toluol und Tetrachlorethen erhöht also tendenziell die Steifigkeit des Bitumens unabhängig von der Konzentration bei Destillation mit 180°C (Abbildung 30).

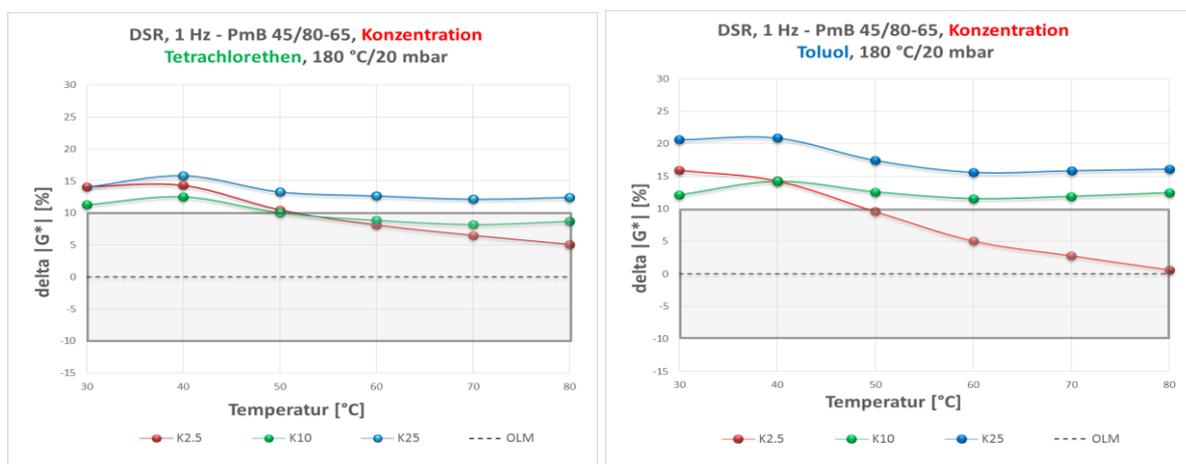


Abbildung 30: Relative Veränderung der Schubmoduli infolge Konzentration (180°C/20 mbar) mit Tetrachlorethen, links und mit Toluol, rechts

Die nächste Komponente der Auswertung ist die absolute Veränderung des Phasenverschiebungswinkels (Abbildung 31). Von diesen Diagrammen wird deutlich, dass keine Veränderungen bei den Proben infolge unterschiedlicher Konzentration entstehen. Die Konzentration ändert nicht das Verhalten des Bitumens.

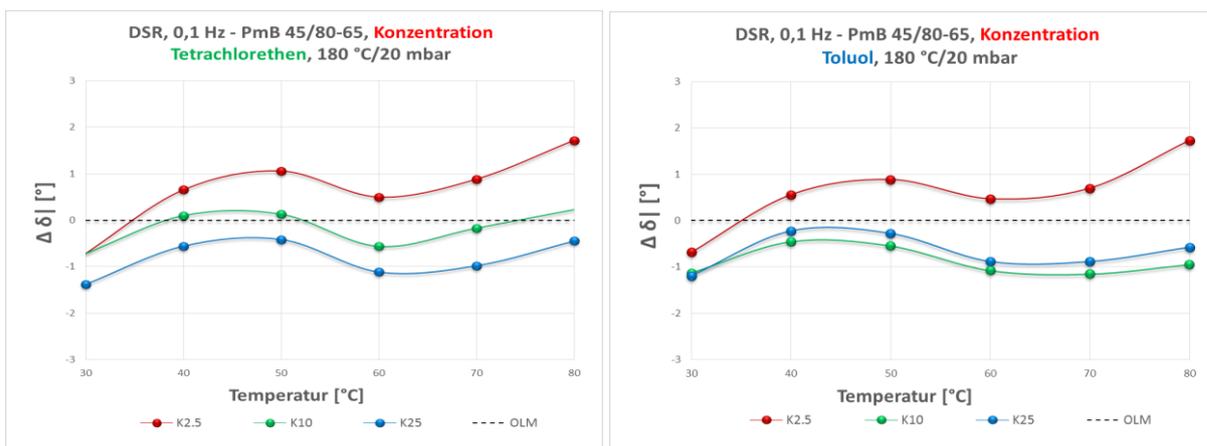


Abbildung 31: Absolute Veränderung der Phasenwinkel infolge Konzentration (180°C/20 mbar) mit Tetrachlorethen, links und mit Toluol, rechts

Der zweite Vergleich bezüglich der Konzentration wird auf der Basis der vorbereiteten Proben mit dem Destillationsprogramm mit der Temperatur von 160°C und einem Druck von 5 mbar erstellt. Dieser Vergleich umfasst 6 Proben. Zwei von diesen Proben sind mit unterschiedlichen Konzentrationen sowie eine ohne Lösungsmittel, diese dient wiederum als Basis. Und die restlichen drei Proben sind identisch und haben eine Konzentration von 2,5 %.

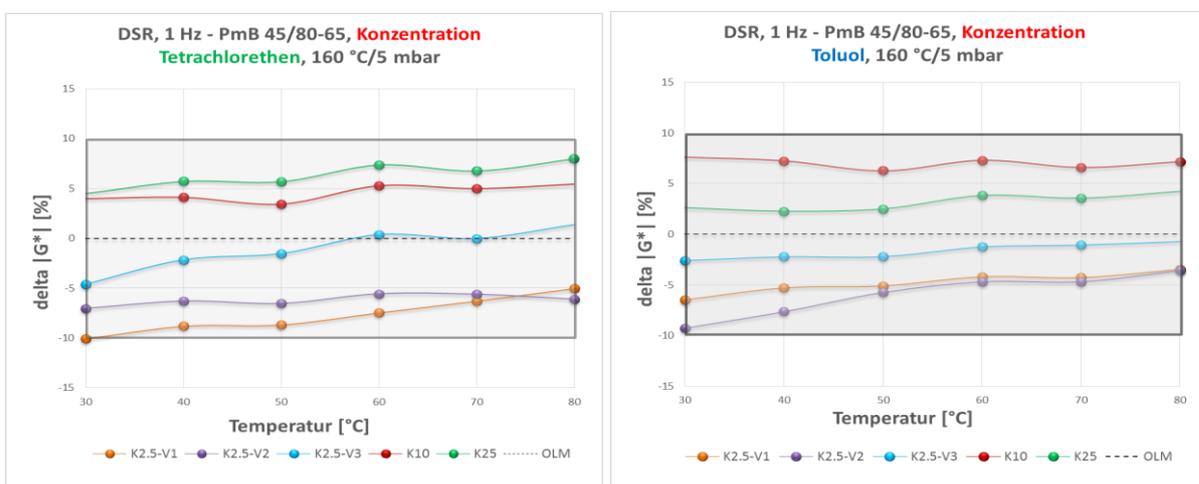


Abbildung 32: Relative Veränderung der Schubmoduli infolge Konzentration (160°C/5 mbar) mit Tetrachlorethen, links und mit Toluol, rechts

Das Diagramm (Abbildung 32) stellt die gleiche Information wie das Diagramm 30 dar. Die Unterschiede sind klein und befinden sich in dem festgelegten Bereich von ±10 %. Das bedeutet, dass keine Veränderungen der Bitumeneigenschaften entstehen. In diesem Fall ändern die Konzentration und das Destillationsprogramm (160°C/5 mbar) das Bitumenverhalten nicht.

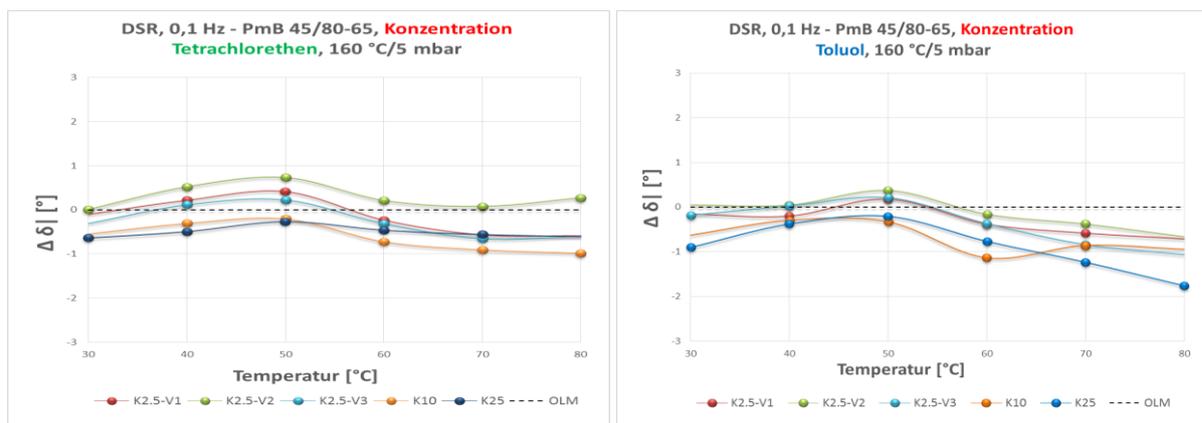


Abbildung 33: Absolute Veränderung der Phasenwinkel infolge Konzentration (160°C/5 mbar) mit Tetrachlorethen, links und mit Toluol, rechts

Die Ergebnisse sind bei der absoluten Veränderung des Phasenwinkels in Abbildung 33 dargestellt. Hier entsteht auch keine Veränderung der Bitumeneigenschaften.

Als eine Schlussfolgerung aus allen Diagrammen kann man feststellen, dass bei einem Destillationsprogramm mit höherer Temperatur und höherem Druck eine relativ kleine Veränderung der Bitumeneigenschaften erzielt wird. Während bei niedrigeren Destillationsparametern keine Erhöhung der Steifigkeit stattfindet.

5.2.3 Einfluss von Lösungsmittel auf die Bitumeneigenschaften in Folge Lagerungsdauer.

Der nächste Vergleich wird aufgrund der Probenlagerungsdauer angestellt. Bei dieser Diplomarbeit werden drei Varianten der Lagerung eingesetzt. Die Probenlagerungsdauer beträgt jeweils 2, 24 und 48 Stunden und sie umfassen die Zeit, in der das Bitumen im Kontakt mit dem Lösungsmittel steht. Nach dem Ende der Lagerungsdauer beginnt der Destillationsprozess.

In diesem Absatz werden zwei Vergleiche mit zwei unterschiedlichen Destillationsprogrammen betrachtet. Der erste Vergleich ist in Abbildung 34 dargestellt und umfasst das Destillationsprogramm mit bzw. einer Maximaltemperatur von 180°C und einem Druck von 20 mbar. Die rechte Abbildung zeigt die Ergebnisse nach der Verwendung von Toluol. Man kann deutlich sehen, dass hier die Veränderung des Schubmoduls größer ist als bei den vorherigen Vergleichen und die Lagerungsdauer einen größeren Einfluss auf die Bitumeneigenschaften hat. Die Proben mit der Dauer von 24 bzw. 48 Stunden zeigen das ein ähnliches Verhalten und besitzen die größten Werte des Schubmoduls. Die Probe mit der Lagerung von 2 Stunden charakterisiert sich durch geringeren Widerstand gegen Verformung und bei einer Temperatur von 50°C fällt die Linie in den $\pm 10\%$ Bereich. Das bedeutet, dass diese Probe sich ab einer Temperatur von 50°C ohne Veränderung charakterisiert. Außerdem ist es sichtbar, dass mit der Erhöhung der Temperatur die Schubmodulwerte sinken und das Bitumen seine Steifigkeit verliert. Alle Proben mit dem Lösungsmittel besitzen eine positive Veränderung im Vergleich zu der Probe, ohne Lösungsmittel.

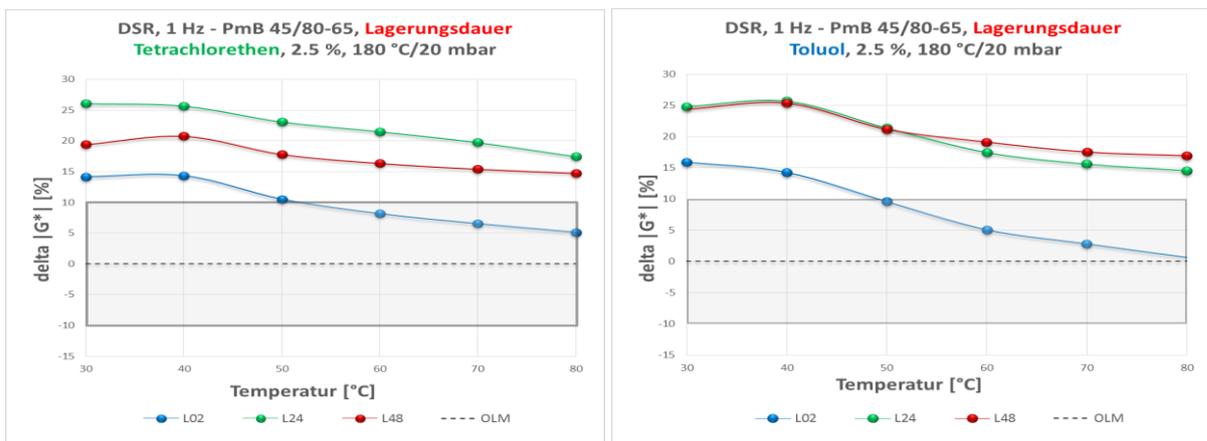


Abbildung 34: Relative Veränderung der Schubmoduli infolge Lagerungsdauer (180°C/20 mbar und Bitumenkonzentration 2,5 %) mit Tetrachlorethen, links und mit Toluol, rechts

Bei der Abbildung 35 (links) ist der Unterschied zwischen den Proben mit der Lagerung von 24 und 48 Stunden geringfügig größer. Die Probe mit der kürzesten Lagerung ändert sich am wenigsten ver.

Die beiden Diagramme zeigen, dass die längste Lagerung und die Anwesenheit vom Lösungsmittel das Bitumenverhalten und die Bitumeneigenschaften ändern. Mit der Erhöhung der Lagerungsdauer steigt der Schubmodul.

Die Ergebnisse bei den Werten der absoluten Veränderung des Phasenwinkels zeigen, dass bei dem Bitumen keine Veränderungen entstehen (Abbildung 35).

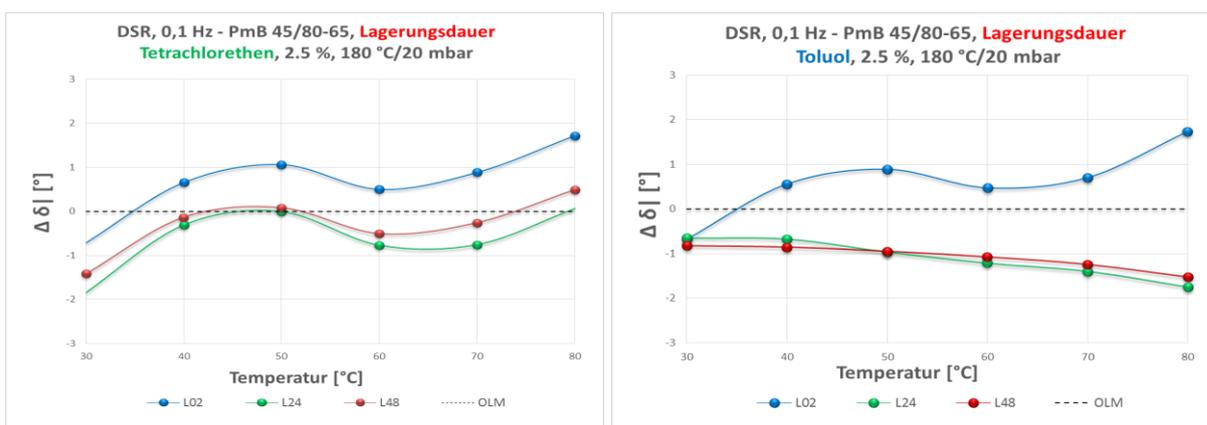


Abbildung 35: Absolute Veränderung der Phasenwinkel infolge Lagerungsdauer (180°C/20 mbar und Bitumenkonzentration 2,5 %) mit Tetrachlorethen, links und mit Toluol, rechts

Der zweite Vergleich zeigt das kürzere Destillationsprogramm mit einer Temperatur von 160°C und einem Druck von 5 mbar. Die Diagramme in der Abbildung 36 stellen die relative Veränderung des Schubmoduls für dieses Destillationsprogramm dar. Bei diesem Destillationsprogramm liegen die Werte im wiederholbaren Bereich.

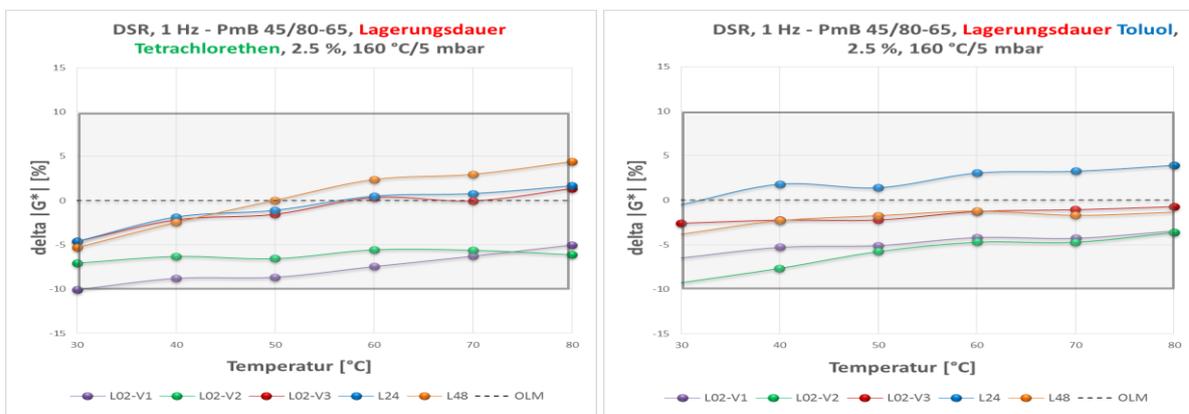


Abbildung 36: Relative Veränderung der Schubmoduli infolge Lagerungsdauer (160°C/5 mbar und Bitumenkonzentration 2,5 %) mit Tetrachlorethen, links und mit Toluol, rechts

Zusammenfassend kann man festhalten, dass die beobachteten Schubmodulergebnisse bei einem längeren Destillationsprogramm und längerer Lagerungsdauer eine Veränderung der Bitumeneigenschaften hervorrufen bzw. eine Erhöhung des Schubmoduls. Während bei einem kürzeren Destillationsprogramm keine Veränderung entsteht.

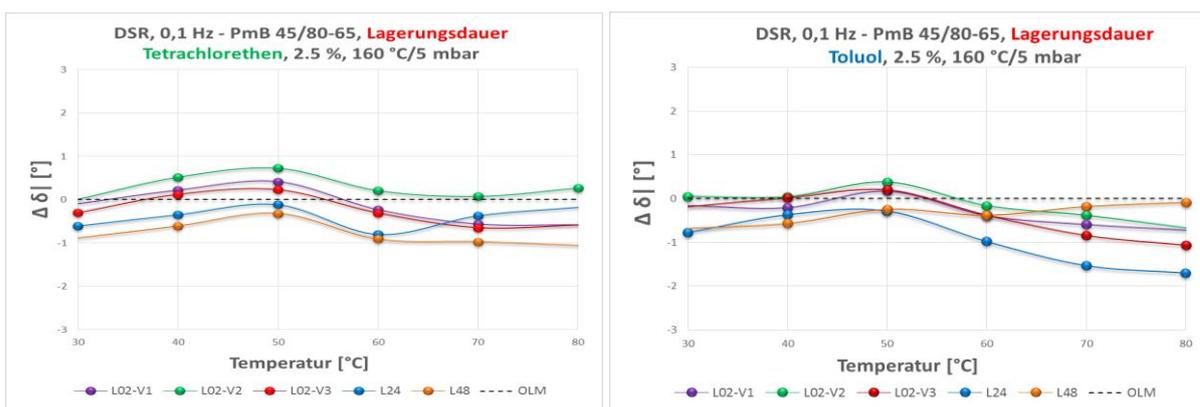


Abbildung 37: Absolute Veränderung der Phasenwinkel infolge Lagerungsdauer (160°C/5 mbar und Bitumenkonzentration 2,5 %) mit Tetrachlorethen, links und mit Toluol, rechts

In der Abbildung 37 rechts kann man die Werte für die absolute Veränderung des Phasenwinkels nach der Verwendung des Lösemittel ablesen. Die beiden Abbildungen von Toluol und Tetrachlorethen zeigen das gleiche Bitumenverhalten und es lassen sich keine Unterschiede zwischen beiden feststellen.

5.2.4 Einfluss von Lösungsmittel auf die Bitumeneigenschaften in Folge Destillationsparametern Temperatur und Druck

Der letzte Vergleich betrachtet die Destillationsparameter Temperatur und Druck. In diesem Absatz wird der Einfluss dieser Parameter auf die Bitumeneigenschaften bestimmt. Es wird eine Erklärung geliefert, welche Rolle sie spielen und wie sie das Bitumenverhalten verändern. Dieser Vergleich umfasst die Ergebnisse von gleichen Proben mit zwei unterschiedlichen Druckvarianten und gleicher Temperatur. Als Basisprobe dient eine Probe, die mit höherer Temperatur (180°C) als die restlichen 6 Proben destilliert wurde (160°C /20/5 mbar). Jedes Destillationsprogramm mit einer Temperatur von 160°C wird mit drei gleichen Proben durchgeführt.

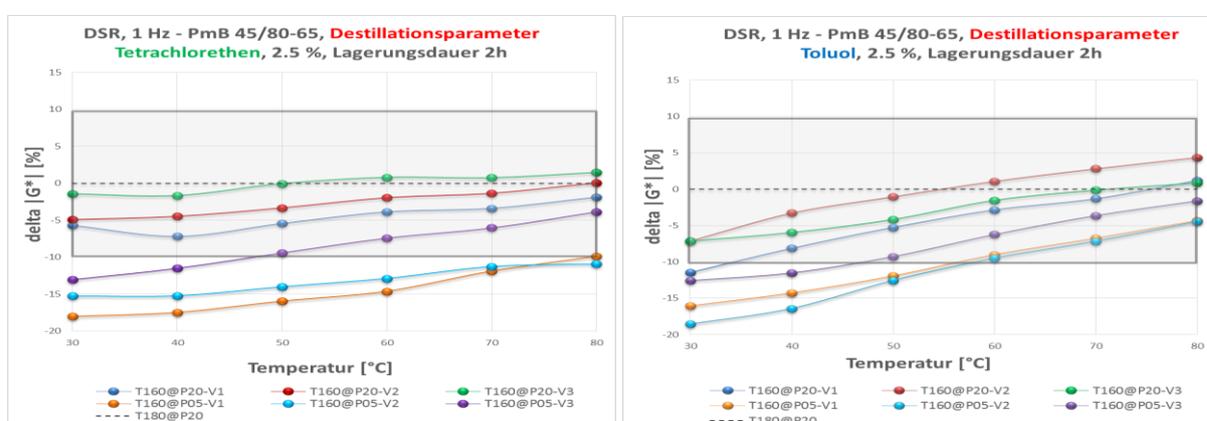


Abbildung 38: Relative Veränderung der Schubmoduli infolge Destillationsparameter (2h Lagerungs-dauer und Bitumenkonzentration 2,5 %) mit Tetrachlorethen, links und mit Toluol, rechts

Anhand der Diagramme der Abbildung 38 kann man erkennen, dass die Werte der Proben mit den Destillationsprogramme von 160°C /20/5 mbar unter den Werten von dem höchsten Destillationsprogramm (180°C) liegen. Die Proben mit einer Temperatur von 160°C zeigen zum Teil deutlich geringere Steifigkeiten als die Probe bei 180°C. Das bedeutet, dass die Verhärtung der Proben mit einer Destillation bei 180°C größer als bei 160°C ist.

In dem Diagramm ist sichtbar, dass die Proben mit Tetrachlorethen (Abbildung 38 links) ein ähnliches Verhalten wie bei Toluol (Abbildung 38 rechts) aufweisen. Es ist offensichtlich, dass die Destillationsparameter keinen wesentlichen Einfluss auf das Bitumen haben.

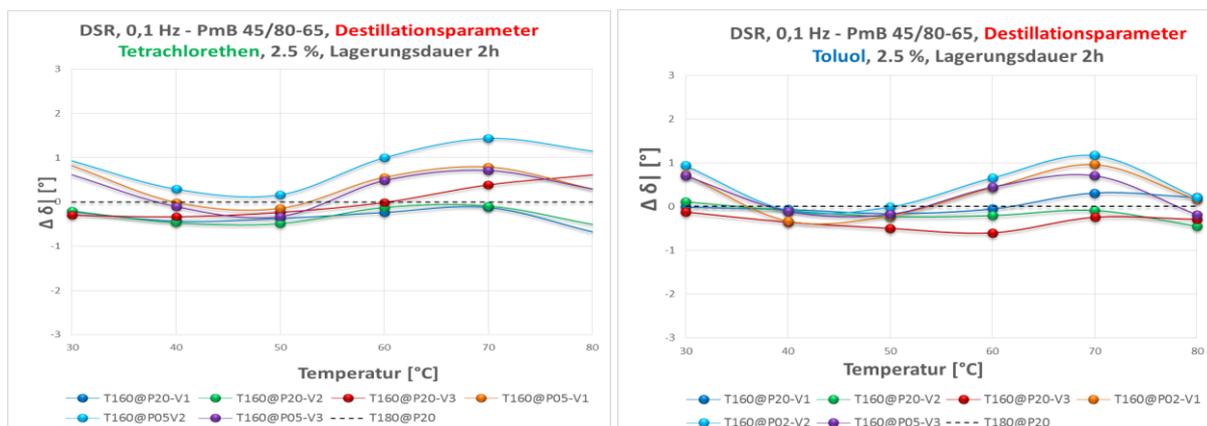


Abbildung 39: Absolute Veränderung der Phasenwinkel infolge Destillationsparameter (2 h Lagerungsdauer und Bitumenkonzentration 2,5%) mit Tetrachlorethen, links und mit Toluol, rechts

Die Diagramme, die die absolute Veränderung des Phasenwinkels zeigen, dass keine Veränderungen des Bitumenverhaltens infolge unterschiedlicher Temperaturen und unterschiedlichem Druck bei allen Proben entstehen (Abbildung 39).

Nach diesem Vergleich lässt sich zusammenfassend sagen, dass die Bitumensteifigkeit sich bei höherem Destillationsprogramm ändert und bei dem Phasenwinkel (= viskoelastischer Anteil) entstehen keine Veränderungen.

6. ZUSAMMENFASSUNG UND AUSBLICK

Diese Diplomarbeit erklärt wie organische Lösungsmittel (Toluol und Tetrachlorethen) und die Destillationsparameter die Bitumeneigenschaften beeinflussen.

Das Versuchsprogramm umfasst insgesamt 32 Bitumenproben mit RTFOT-gealterten polymermodifizierten Bitumen der Sorte PmB 45/80-65. In 30 dieser Proben wird das Bitumen bei jeweils unterschiedlicher Lagerungsdauer in beiden Lösungsmitteln (Toluol und Tetrachlorethen) gelöst. Die verbleibenden beiden Proben werden ohne Lösungsmittel vorbereitet. Die Änderung der Bitumeneigenschaften von jeder Probe wird mit Hilfe des komplexen Schubmoduls $|G^*|$ in [Pa] und dem Phasenwinkel δ in $[\circ]$ beschrieben. Der komplexe Schubmodul charakterisiert den Widerstand gegen Verformung des Bitumens und der Phasenwinkel stellt die Größe des elastischen bzw. viskosen Anteils des Bitumens dar. Mechanische Prüfungen werden mit Hilfe des DSR durchgeführt. So wurden die folgenden vier Fragestellungen behandelt:

(1) Welche Auswirkungen haben die unterschiedlichen Bitumenkonzentrationen in Lösung auf die Bitumeneigenschaften? (Kapitel 5.2.2)

Das Prüfprogramm wurde drei verschiedenen Bitumenkonzentrationen durchgeführt Die Untersuchung wurde mit zwei unterschiedlichen Destillationsprogrammen ausgeführt. Zuerst mit einer Temperatur von 180°C und einem Druck von 20 mbar, dann mit einer Temperatur von 160°C und einem Druck von 5 mbar. Die Ergebnisse der Proben zeigen den Einfluss des Lösungsmittels in Zusammenhang mit der Konzentration im Vergleich zu einer Probe ohne Lösungsmittel.

Die Ergebnisse von dem Destillationsprogramm mit der höchsten Temperatur und den höchsten Druck zeigen eine kleine Veränderung des Schubmoduls im Vergleich zu der Probe ohne Lösungsmittel. Wenn die Proben im Kontakt mit Toluol und Tetrachlorethen sind, steigt die Steifigkeit des Bitumens unabhängig von der Konzentration. Die Lösungsmittelart spielt keine Rolle. Die Diagramme des Phasenwinkels zeigen, dass keine Veränderungen bei den Proben infolge unterschiedlicher Konzentration entstehen

Die Situation des Schubmoduls sieht bei dem Destillationsprogramm mit niedrigeren Parameter anders aus. Die erhaltenen Werte liegen in dem festgelegten Bereich von $\pm 10\%$. Bei diesem Destillationsprogramm entstehen keine Veränderungen der Bitumeneigenschaften, sowie auch bei der absoluten Veränderung des Phasenwinkels.

Man kann feststellen, dass bei einem Destillationsprogramm mit höherer Temperatur und höherem Druck eine relative kleine Veränderung der Bitumeneigenschaften erzielt wird. Während bei niedrigeren Destillationsparametern keine Erhöhung der Steifigkeit des Bitumens eintritt.

(2) Wie beeinflusst die Lagerungsdauer die Bitumeneigenschaften (Kapitel 5.2.3)?

Diese Diplomarbeit setzt drei Varianten der Lagerung ein. Die Probenlagerungsdauer beträgt jeweils 2, 24 und 48 Stunden und sie umfassen die Zeit, in der das Bitumen im Kontakt mit dem Lösungsmittel steht. Die Untersuchung wurde auch mit zwei unterschiedlichen Destillationsprogrammen ausgeführt. Einmal mit einer Temperatur von 180°C und einem Druck von 20 mbar und einmal mit einer Temperatur von 160°C und einem Druck von 5 mbar.

Bei dem Destillationsprogramm mit der Temperatur von 180°C und einem Druck 20 mbar erreichen die Proben die größte Veränderung des Schubmoduls. Die Proben mit einer Lagerungsdauer von 24 bzw. 48 Stunden zeigen das gleiche Verhalten und besitzen die größten Werte des Schubmoduls. Die Probe mit der Lagerungsdauer von 2 Stunden zeichnet sich durch einen geringeren Widerstand gegen Verformung und bei einer Temperatur von 50°C zeigt diese Probe keine Veränderungen. Alle Proben mit dem Lösungsmittel besitzen eine Veränderung im Vergleich zu der Probe ohne Lösungsmittel. Die Ergebnisse bei den Werten der absoluten Veränderung des Phasenwinkels zeigen, dass bei den Proben keine Veränderungen entstehen.

Der zweite Vergleich zeigt das kürzere Destillationsprogramm mit einer Temperatur von 160°C und einem Druck von 5 mbar. Bei diesem Destillationsprogramm liegen die Werte im wiederholbaren Bereich.

Es wird deutlich, dass die beobachteten Schubmodulergebnisse bei einem längeren Destillationsprogramm und längerer Lagerungsdauer eine Steigung des Schubmoduls hervorrufen. Während bei einem kürzeren Destillationsprogramm keine Veränderungen entstehen. Die Lagerungsdauer hat keinen Einfluss auf der Phasenwinkel beider Destillationsprogramme.

(3) Wie beeinflussen die Destillationsparameter Temperatur und Druck die Bitumeneigenschaften (Kapitel 5.2.4)?

Damit man eine Antwort auf die Frage, welchen Einfluss die Destillationsparameter Temperatur und Druck auf die Bitumeneigenschaften erhält, werden die Ergebnisse gleicher Proben mit zwei unterschiedlichen Druckvarianten und gleicher Temperatur verglichen. Als Basisprobe dient eine Probe, die mit höherer Temperatur und höherem Druck (180°C/20 mbar) als die restlichen 6 Proben (160°C/20/5 mbar) destilliert ist.

Die Proben mit einer Temperatur von 180°C besitzen größere Steifigkeit im Vergleich zu den Proben mit einer Temperatur von 160°C. Die Proben beider Lösungsmittel besitzen ein ähnliches Verhalten. Bei dem Phasenwinkel zeigen die unterschiedlichen Destillationsparameter, dass keine Veränderungen des Bitumenverhaltens entstehen.

Nach diesem Vergleich lässt sich zusammenfassend sagen, dass bei den höheren Destillationsparameter eine Verhärtung des Bitumens entsteht.

(4) Wie unterscheiden sich die Ergebnisse bei Proben mit und ohne Lösungsmittelleinsatz? Das heißt, welchen Einfluss hat eine rein thermische Behandlung bzw. welche zusätzliche Einfluss die Lösung in Lösungsmitteln

Um auf diese Frage zu antworten, zwischen den Ergebnisse der Proben ohne und mit Lösungsmittelleinsatz erläutert man ein Vergleich. Ein thermischer Vergleich zeigt die Information über die Ergebnisse der Proben mit einer Abwesenheit des Lösungsmittels dar. Die Ergebnisse wurden bei einem Vergleich dreier Proben erhalten. Zwei von diesen Proben haben unterschiedliche Destillationsprogramme und die verbliebende ist ohne thermische Behandlung und dient als Basis. Alle Werte dieses Vergleichs liegen im wiederholbaren Bereich bzw. die thermische Einwirkung hat auch keine signifikanten Auswirkung auf den Schubmodul. Nur bei den Proben mit höherer Lösungsmittelkonzentration, Lagerungsdauer und Destillationsprogramm bekommt man eine relative kleine Veränderung des Schubmoduls. Bei alle Proben, die mit kürzerem Destillationsprogramm destilliert wurden, liegen die Werte im wiederholbaren Bereich und das bedeutet, dass die Ergebnisse ähnlich wie bei den Proben ohne Lösungsmittelleinsatz sind bzw. ohne Veränderung der Bitumeneigenschaften. Bei den Proben infolge der Destillationsparameter Temperatur und Druck wirkt sich das kürzere Destillationsprogramm auf den Schubmodul bzw. die Verhärtung des Bitumens aus. Bei dem Phasenwinkel spielt der Lösungsmittelleinsatz keine wesentliche Rolle. Es ist deutlich auch, dass es zwischen der Lösungsmittelart keine Unterschiede gibt und der Einfluss auf die Bitumeneigenschaften von Toluol und Tetrachlorethen ähnlich ist.

I. LITERATURVERZEICHNIS

- [1] **ÖNORM EN 12597**: Bitumen und bitumenhaltige Bindemittel –Terminologie, Ausgabe: 2012.05.15
- [2] **BLANIC**: „Oil company“, [Online]. Available: http://blanic.co.za/oil_bitumen. [Zugriff am 07.07.2013]
- [3] **Asphalt Driveways Melbourne**: „Straßenbau Firma“: [Online]. Available: <http://asphaltdriveways-melbourne.com.au/>. [Zugriff am 06.08.2013]
- [4] **Die Bitumenbahn**: „Wissenswertes zur Abdichtung von Bauwerken“: [Online]. Available: <http://www.derdichtebau.de/herstellung-von-bitumen.29404.htm>. [Zugriff am 09.12.2013]
- [5] **Institut für Verkehrswissenschaften**, Skriptum zur LVA Straßenwesen, Wien, Österreich: Technische Universität Wien, 2013.
- [6] **Günter Neroth und Dieter Vollenschaar** :„Grundlagen-Baustoffen,“ Wendehorst Baustoffkunde, 27. Auflage, 2011
- [7] **Univ.- Prof. -Dr.- Ing. K. Ch. Thienel**, „Werkstoffe des Bauwesens Bituminöse Baustoffe,“ Universität München, Wintersemester 2011
- [8] **Institut für Prozessmesstechnik und innovative Energiesysteme**, Viskosimetrie, Hochschule Mannheim, (04/2013)-2
- [9] **Prof. Dipl. Ing. Scholl**, „Fachbereich Bauingenieurwesen,“ Baustoffkunde/Mineralische und bituminöse Baustoffe, FH Koblenz, März 2002
- [10] **Measurement of stress and strain**, [Online]. Available: <http://www.pt.ntu.edu.tw/hmchai/bm04/bmmmeasure/StressMeasure.htm>. [Zugriff am 15.12.2013]
- [11] **Dipl.-Ing. Stephan Korn**, „Beurteilung der Benetzbarkeit und des Adhäsionsvermögens von Bitumen an Mineralstoffen mittels Kontaktwinkelmessungen,“ FH Hamburg, DA 2004, [Online]. Available: http://www.bitumen-gestein.de/4_Modifizierte%20Bitumen.html [Zugriff am 20.12.2013]
- [12] **Prof Dr. M. N. Partl**: „Asphalt und Bitumen,“ Werkstoffe I, , Frühjahrsemester 2011
- [13] **Markus Hospodka**: „Alterungsmechanismen von Bitumen und Simulation der Alterung im Labor,“ Diplomarbeit, Universität für Bodenkultur Wien, 4/2013
- [14] **EN 12697-3**: Asphalt Prüfverfahren für Heißasphalt Teil 3: Rückgewinnung des Bindemittels: Rotationsverdampfer, 2005
- [15] **Dr. med. Dr. sc. nat. Michael Koller, Dr. med. Claudia Pletscher und Dr. med. Marcel Jost**: „Factsheet Organische Lösungsmittel,“ SUVA, Januar 2013
- [16] **Dr. Ruth Baumann und Dr. Rolf Boos**: „Bewertung der Innerraumlüftflüchtige organische Verbindungen,“ VOC Toluol
- [17] **„Wikipedia,“** [Online]. Available: <http://de.wikipedia.org/wiki/Toluol> [Zugriff am 06.06.2013]
- [18] **Verlagsgruppe Hüthig Jehle Rehm GmbH**: „Dauderer - Handbuch der Umweltgifte,“ Toluol, 10/2007
- [19] **Institut für Arbeitsschutz der Deutschen Gesetzlichen Unfallversicherung**: „Toluol,“ 05/2013
- [20] **Dr. Ruth Baumann und Dr. Rolf Boos**: „Bewertung der Innerraumlüftflüchtige organische Verbindungen,“ VOC Tetrachlorethen
- [21] **„Wikipedia“**: [Online]. Available: <http://de.wikipedia.org/wiki/Tetrachlorethen> [Zugriff am 20.06.2013]

- [22] **Institut für Arbeitsschutz der Deutschen Gesetzlichen Unfallversicherung:** „Tetrachlorethen,“ 05/2013
- [23] **InfraTest Prüftechnik GmbH:** „ASPHALTANALYSATOR ecoTest,“ [Online].Available: www.infratest.net/. [Zugriff am 25.07.2013]
- [24] **EN 12697-1:** Asphalt – Prüfverfahren für Heiasphalt – Teil 1: Lsliche Bindemittelgehalt, (2012-09)
- [25] **BCHI:** „Destillation mit Rotationsverdampfer“, Schulungsunterlagen, 1998
- [26] **Tomchemie:** [Online].Available: <http://www.tomchemie.de> . [Zugriff am 22.06.2013]
- [27] **„Wikipedia,“** [Online].Available: <http://de.wikipedia.org/wiki/Membranpumpe>. [Zugriff am 23.07.2013]
- [28] **„Wikipedia,“** [Online].Available: <http://de.wikipedia.org/wiki/Drehschieberpumpe>. [Zugriff am 23.07.2013]
- [29] **„Wikipedia,“** [Online].Available: http://de.wikipedia.org/wiki/Woulfesche_Flasche. [Zugriff am 25.07.2013]
- [30] **Manfred Hase und Carsten Oelkers:** „Rahmenbedingungen fr DSR-Messungen an Bitumen,“ NORDLABOR GmbH fr bautechnische Prfungen, Pinneberg, Germany, 2001
- [31] **J. Litzka, R. Strobl, F. Pass und H. Augustin,** Gebrauchsverhaltensorientierte Btumenprfung, Mitteilungen des Instituts fr Straenbau und Straenerhaltung, Heft 9, Technische Universitt Wien, Wien, sterreich, 1998.
- [32] **EN 12607-1:** Bitumen und bitumenhaltige Bindemittel – Bestimmung der Bestndigkeit gegen Verhrtung unter Einfluss von Wrme und Luft – Teil 1 RTFOT-Verfahren, 2007-06

II. ABBILDUNGSVERZEICHNIS

ABBILDUNG 1: LINKS: BITUMEN [2], RECHTS: ASPHALT [3]	7
ABBILDUNG 2: GEWINNUNG VON BITUMEN [5].....	9
ABBILDUNG 3: SCHEMATISCHER AUFBAU VON BITUMEN [7].....	10
ABBILDUNG 4: DEFORMATION BEI VISKOELASTISCHEM VERHALTEN [10]	12
ABBILDUNG 5: ALTERUNGSVERLAUFS [5].....	15
ABBILDUNG 6: CHEMISCHE FORMEL VON TOLUOL [19].....	19
ABBILDUNG 7: CHEMISCHE FORMEL VON TETRACHLORETHEN [22]	21
ABBILDUNG 8: ASPHALTANALYSATOR (EXTRAKTOR).....	22
ABBILDUNG 9: PRÜFVERFAHREN BEI DER ASPHALTEXTRAKTION [24].....	23
ABBILDUNG 10: AUFBAU EINES DES ROTATIONSVERDAMPFERS [26]	24
ABBILDUNG 11: VERWENDETER ROTATIONSVERDAMPFER.....	28
ABBILDUNG 12: VERLAUF VON SPANNUNG UND DEFORMATION, ELASTISCHES VERHALTEN [31]	30
ABBILDUNG 13: VERLAUF VON SPANNUNG UND DEFORMATION, VISKOSES VERHALTEN [31].....	31
ABBILDUNG 14: VERLAUF VON SPANNUNG UND DEFORMATION, VISKOELASTISCHES VERHALTEN [31]	32
ABBILDUNG 15: VISKOELASTISCHES VERHALTEN [31].....	33
ABBILDUNG 16: ARBEITSWEISE DSR, PRINZIPIKIZZE [31].....	35
ABBILDUNG 17: EINLEGEN DER BITUMENPROBE IN DEN DSR.....	36
ABBILDUNG 18: DAS VERWENDETE DSR	37
ABBILDUNG 19: RTFOT – GERÄT.....	38
ABBILDUNG 20: RTFOT – FLASCHEN [31].....	39
ABBILDUNG 21: GEFÜLLTE KOLBEN MIT DEM BITUMEN (1); GEFÜLLTE KOLBEN MIT DEM BITUMEN UND MIT LÖSUNGSMITTEL (2); ULTRASCHALLBAD (3); DESTILLATION DURCH ROTATIONSVERDAMPFER (4)	43
ABBILDUNG 22: TROCKENSCHRANK MIT DESTILLIERTER BITUMENPROBE (LINKS); FERTIGE PROBE FÜR DSR- VERSUCH (RECHTS)	44
ABBILDUNG 23: LM-RÜCKSTAND INFOLGE KONZENTRATION BEI 180°C UND 20 MBAR.....	49
ABBILDUNG 24: LM-RÜCKSTAND INFOLGE KONZENTRATION BEI 160°C UND 5 MBAR.....	50
ABBILDUNG 25: LM-RÜCKSTAND INFOLGE LAGERUNGSDAUER BEI 180°C UND 20 MBAR.....	51
ABBILDUNG 26: LM-RÜCKSTAND INFOLGE LAGERUNGSDAUER BEI 160°C UND 5 MBAR.....	52
ABBILDUNG 27: LM-RÜCKSTAND INFOLGE DESTILLATIONSPARAMETER BEI 2,5 % BITUMENKONZENTRATION UND 2 H LAGERUNGSDAUER	53
ABBILDUNG 28: DSR -10°C BIS +80°C – VERGLEICH 1 HZ – STRAßENBITUMEN VS. PMB [13]	55
ABBILDUNG 29: RELATIVE VERÄNDERUNG DER SCHUBMODULI, LINKS; ABSOLUTE VERÄNDERUNG DES PMB PHASENWINKELS, RECHTS	56
ABBILDUNG 30: RELATIVE VERÄNDERUNG DER SCHUBMODULI INFOLGE KONZENTRATION (180°C/20 MBAR) MIT TETRACHLORETHEN, LINKS UND MIT TOLUOL, RECHTS	57
ABBILDUNG 31: ABSOLUTE VERÄNDERUNG DER PHASENWINKEL INFOLGE KONZENTRATION (180°C/20 MBAR) MIT TETRACHLORETHEN, LINKS UND MIT TOLUOL, RECHTS	58
ABBILDUNG 32: RELATIVE VERÄNDERUNG DER SCHUBMODULI INFOLGE KONZENTRATION (160°C/5 MBAR) MIT TETRACHLORETHEN, LINKS UND MIT TOLUOL, RECHTS	58
ABBILDUNG 33: ABSOLUTE VERÄNDERUNG DER PHASENWINKEL INFOLGE KONZENTRATION (160°C/5 MBAR) MIT TETRACHLORETHEN, LINKS UND MIT TOLUOL, RECHTS	59
ABBILDUNG 34: RELATIVE VERÄNDERUNG DER SCHUBMODULI INFOLGE LAGERUNGSDAUER (180°C/20 MBAR UND BITUMENKONZENTRATION 2,5 %) MIT TETRACHLORETHEN, LINKS UND MIT TOLUOL, RECHTS.....	60
ABBILDUNG 35: ABSOLUTE VERÄNDERUNG DER PHASENWINKEL INFOLGE LAGERUNGSDAUER (180°C/20 MBAR UND BITUMENKONZENTRATION 2,5 %) MIT TETRACHLORETHEN, LINKS UND MIT TOLUOL, RECHTS.....	60
ABBILDUNG 36: RELATIVE VERÄNDERUNG DER SCHUBMODULI INFOLGE LAGERUNGSDAUER (160°C/5 MBAR UND BITUMENKONZENTRATION 2,5 %) MIT TETRACHLORETHEN, LINKS UND MIT TOLUOL, RECHTS.....	61
ABBILDUNG 37: ABSOLUTE VERÄNDERUNG DER PHASENWINKEL INFOLGE LAGERUNGSDAUER (160°C/5 MBAR UND BITUMENKONZENTRATION 2,5 %) MIT TETRACHLORETHEN, LINKS UND MIT TOLUOL, RECHTS.....	61
ABBILDUNG 38: RELATIVE VERÄNDERUNG DER SCHUBMODULI INFOLGE DESTILLATIONSPARAMETER (2H LAGERUNGS-DAUER UND BITUMENKONZENTRATION 2,5 %) MIT TETRACHLORETHEN, LINKS UND MIT TOLUOL, RECHTS.....	62

ABBILDUNG 39: ABSOLUTE VERÄNDERUNG DER PHASENWINKEL INFOLGE DESTILLATIONSPARAMETER
(2 H LAGERUNGSDAUER UND BITUMENKONZENTRATION 2,5%) MIT TETRACHLORETHEN, LINKS UND MIT
TOLUOL, RECHTS63

III. TABELLENVERZEICHNIS

TABELLE 1: HAUPTBESTIMMUNGEN VON DEN BITUMEN UND BITUMENHALTIGE BINDEMITTELN [1]	8
TABELLE 2: HAUPTBESTANDTEILE VON BITUMEN [7]	9
TABELLE 3: ÜBERSICHT: POLYMERGRUPPEN [11]	13
TABELLE 4: CHEMISCHE EINTEILUNG EINIGER ORGANISCHER LÖSUNGSMITTEL [15].....	17
TABELLE 5: PHYSIKALISCH CHEMISCHE EIGENSCHAFTEN VON TOLUOL [19]	18
TABELLE 6: PHYSIKALISCH CHEMISCHE EIGENSCHAFTEN VON TETRACHLORETHEN [22].....	20
TABELLE 7: PROGRAMME UND PHASEN BEI TOLUOL UND TETRACHLORETHEN	42
TABELLE 8: PRÜFMATRIX.....	45
TABELLE 9: LABORCODIERUNG FÜR DIE PROBEN.....	46

IV. ANHANG

Der Anhang enthält die Ergebnisse der durchgeführten Messungen.

	Laborcode	Datum	Erlenmeyerkolben	Erlenmeyerkolben + Bitumen	Rundkolben	Rundkolben + Bitumen	Rundkolben + Bitumen (nach der Destillation)	Bitumen Einwaage	Bitumen Auswaage	Veränderung		Phase 1 beendet (Einsaugen)	Druck erreicht Temperatur auf 160 °C	160 °C erreicht Phase 2	Ende Phase 2 Temperatur auf 180 °C	180 °C erreicht Phase 3	Ende Phase 3	
			[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]							[%]
OHNE LM	B287B LRTF ROLM T180 P20	07.08.2013			98,355	128,844	128,855	30,489	30,501	0,012	0,04	01:10	01:13	01:24	01:39	01:45	02:00	
	B287B LRTF ROLM T160 P5	30.07.2013			99,838	130,355	130,353	30,517	30,515	-0,002	-0,01	01:10	01:15	01:25	01:40			
TOLUOL	B287B LRTF RTOL K2.5 L02 T180 P20	20.03.2013	162,194	175,052	98,359	111,298		12,858	12,939	0,081	0,63	00:38	00:53	01:05	01:20	01:26	01:41	
	B287B LRTF RTOL K2.5 L02 T160 P20 V1	22.04.2013	165,144	177,854	100,732	113,510		12,710	12,778	0,068	0,54	00:49	01:05	01:15	01:30			
	B287B LRTF RTOL K2.5 L02 T160 P20 V2	23.04.2013	165,146	177,679	98,360	110,950		12,533	12,590	0,057	0,45	00:44	01:05	01:15	01:30			
	B287B LRTF RTOL K2.5 L02 T160 P20 V3	23.04.2013	162,070	175,665	100,731	114,379		13,595	13,648	0,053	0,39	00:46	01:06	01:16	01:31			
	B287B LRTF RTOL K2.5 L02 T160 P05 V1	16.05.2013	165,145	177,550	100,734	113,200		12,405	12,466	0,061	0,49	00:56	01:14	01:24	01:39			
	B287B LRTF RTOL K2.5 L02 T160 P05 V2	16.05.2013	157,662	170,463	98,109	110,947		12,801	12,838	0,037	0,29	00:53	01:11	01:21	01:36			
	B287B LRTF RTOL K2.5 L02 T160 P05 V3	24.06.2013	165,137	177,847	98,107	110,855		12,710	12,748	0,038	0,30	00:45	01:15	01:25	01:40			
	B287B LRTF RTOL K2.5 L24 T180 P20	21.03.2013	165,143	178,091	98,108	111,123		12,948	13,015	0,067	0,52	00:47	01:05	01:17	01:32	01:38	01:53	
	B287B LRTF RTOL K2.5 L24 T160 P05	25.06.2013	160,147	172,947	100,730	113,565		12,800	12,835	0,035	0,27	00:45	01:18	01:28	01:43			
	B287B LRTF RTOL K2.5 L48 T180 P20	22.03.2013	162,069	174,931	100,730	113,676		12,862	12,946	0,084	0,65	00:49	01:01	01:12	01:27	01:33	01:48	
	B287B LRTF RTOL K2.5 L48 T160 P05	26.06.2013	159,770	172,469	98,359	111,099		12,699	12,740	0,041	0,33	00:48	01:15	01:25	01:40			
	B287B LRTF RTOL K10 L02 T180 P20	30.04.2013	165,140	195,436	99,842	130,228		30,296	30,386	0,090	0,30	00:49	01:16	01:25	01:40	01:45	02:00	
	B287B LRTF RTOL K10 L02 T160 P05	25.06.2013	165,139	195,733	98,106	128,737		30,594	30,631	0,037	0,12	00:41	01:16	01:26	01:41			
	B287B LRTF RTOL K25 L02 T180 P20	30.04.2013	162,066	192,580	98,108	128,762		30,514	30,654	0,140	0,46	01:05	01:22	01:31	01:46	01:50	02:05	
	B287B LRTF RTOL K25 L02 T160 P05	26.07.2013	160,608	190,995	98,106	128,513		30,387	30,408	0,020	0,07	00:37	01:12	01:22	01:37			
	TETRACHLORETHEN	B287B LRTF RTET K2.5 L02 T180 P20	28.03.2013	162,082	174,942	98,107	110,987		12,860	12,880	0,020	0,16	00:53	01:08	01:19	01:34	01:40	01:55
B287B LRTF RTET K2.5 L02 T160 P20 V1		10.04.2013	162,069	175,414	99,843	113,282		13,345	13,439	0,094	0,70	00:52	01:04	01:17	01:32			
B287B LRTF RTET K2.5 L02 T160 P20 V2		15.04.2013	165,148	178,067	98,360	111,281		12,919	12,921	0,002	0,02	00:51	01:02	01:15	01:30			
B287B LRTF RTET K2.5 L02 T160 P20 V3		15.04.2013	162,068	174,722	98,107	110,802		12,654	12,695	0,041	0,32	00:59	01:12	01:25	01:40			
B287B LRTF RTET K2.5 L02 T160 P05 V1		23.07.2013	157,659	170,894	98,358	111,596		13,235	13,238	0,003	0,02	00:58	01:33	01:43	01:58			
B287B LRTF RTET K2.5 L02 T160 P05 V2		23.07.2013	160,670	173,163	98,106	110,614		12,492	12,508	0,016	0,13	00:56	01:32	01:42	01:57			
B287B LRTF RTET K2.5 L02 T160 P05 V3		24.07.2013	157,658	170,303	98,360	111,013		12,644	12,653	0,008	0,06	00:55	01:24	01:34	01:49			
B287B LRTF RTET K2.5 L24 T180 P20		26.03.2013	162,024	174,991	98,107	111,097		12,967	12,990	0,023	0,18	00:50	01:03	01:15	01:30	01:36	01:51	
B287B LRTF RTET K2.5 L24 T160 P05		28.06.2013	160,144	173,036	98,107	111,018		12,892	12,912	0,020	0,15	00:50	01:33	01:43	01:58			
B287B LRTF RTET K2.5 L48 T180 P20		27.03.2013	165,140	177,622	99,842	112,348		12,482	12,506	0,024	0,19	00:55	01:08	01:19	01:34	01:42	01:57	
B287B LRTF RTET K10 L02 T180 P20		26.04.2013	162,068	192,525	98,107	128,635		30,457	30,528	0,071	0,23	01:00	01:14	01:23	01:38	01:43	01:58	
B287B LRTF RTET K10 L02 T160 P05		25.07.2013	160,670	191,650	100,728	131,721		30,981	30,993	0,012	0,04	00:51	01:25	01:35	01:50			
B287B LRTF RTET K25 L02 T180 P20		29.04.2013	165,140	195,943	98,361	129,258		30,803	30,897	0,094	0,31	01:05	01:24	01:34	01:49	01:55	02:10	
B287B LRTF RTET K25 L02 T160 P05		29.07.2013	160,526	190,659	98,106	128,255		30,133	30,149	0,017	0,06	00:48	01:20	01:30	01:45			
OHNE LM		B288B LRTF ROLM T180 P20	07.08.2013			100,727	131,716	131,725	30,989	30,997	0,009	0,03	01:10	01:13	01:24	01:39	01:45	02:00
		B288B LRTF ROLM T160 P05	07.08.2013			99,838	130,368	130,369	30,530	30,531	0,001	0,00	01:10	01:13	01:24	01:39		
TOLUOL	B288B LRTF RTOL K2.5 L02 T180 P20	28.03.2013	165,139	177,999	100,731	113,652		12,860	12,921	0,061	0,47	00:46	01:06	01:19	01:34	01:40	01:55	
	B288B LRTF RTOL K2.5 L02 T160 P20 V1	18.04.2013	162,068	174,660	100,737	113,462		12,592	12,725	0,133	1,06	00:48	01:05	01:17	01:32			
	B288B LRTF RTOL K2.5 L02 T160 P20 V2	18.04.2013	165,148	177,807	98,386	111,115		12,659	12,729	0,070	0,55	00:43	01:01	01:14	01:29			
	B288B LRTF RTOL K2.5 L02 T160 P20 V3	22.04.2013	162,068	175,461	98,109	111,590		13,393	13,481	0,088	0,66	00:52	01:07	01:17	01:32			
	B288B LRTF RTOL K2.5 L02 T160 P05 V1	18.07.2013	157,660	170,386	98,108	110,893		12,726	12,785	0,059	0,46	00:44	01:12	01:22	01:37			
	B288B LRTF RTOL K2.5 L02 T160 P05 V2	18.07.2013	159,998	172,442	99,842	112,351		12,445	12,509	0,065	0,52	00:45	01:18	01:28	01:43			
	B288B LRTF RTOL K2.5 L02 T160 P05 V3	18.07.2013	160,609	173,499	98,357	111,292		12,891	12,935	0,045	0,35	00:48	01:18	01:28	01:43			
	B288B LRTF RTOL K2.5 L24 T180 P20	21.03.2013	162,193	175,650	99,839	113,360		13,457	13,521	0,064	0,48	01:00	01:12	01:24	01:39	01:45	02:00	
	B288B LRTF RTOL K2.5 L24 T160 P05	26.06.2013	160,144	172,845	100,730	113,487		12,701	12,757	0,056	0,44	00:43	01:14	01:24	01:39			
	B288B LRTF RTOL K2.5 L48 T180 P20	22.03.2013	162,024	174,585	98,358	110,982		12,561	12,624	0,063	0,50	00:54	01:08	01:20	01:35	01:41	01:56	
	B288B LRTF RTOL K2.5 L48 T160 P05	26.07.2013	160,142	172,950	98,357	111,242		12,808	12,885	0,077	0,60	00:46	01:17	01:27	01:42			
	B288B LRTF RTOL K10 L02 T180 P20	06.05.2013	165,140	195,381	99,842	130,148		30,241	30,306	0,065	0,21	00:50	01:10	01:20	01:35	01:40	01:55	
	B288B LRTF RTOL K10 L02 T160 P05	18.07.2013	158,907	189,140	100,731	130,993		30,233	30,262	0,028	0,09	00:42	01:15	01:25	01:40			
	B288B LRTF RTOL K25 L02 T180 P20	06.05.2013	162,068	192,602	100,733	131,287		30,534	30,554	0,020	0,07	00:57	01:19	01:29	01:44	01:49	02:04	
	B288B LRTF RTOL K25 L02 T160 P05	26.07.2013	157,658	187,936	100,728	131,040		30,279	30,312	0,033	0,11	00:49	01:16	01:26	01:41			
	TETRACHLORETHEN	B288B LRTF RTET K2.5 L02 T180 P20	08.04.2013	162,070	175,110	99,841	112,946		13,040	13,105	0,065	0,50	00:56	01:11	01:24	01:39	01:45	02:00
B288B LRTF RTET K2.5 L02 T160 P20 V1		09.04.2013	162,069	174,993	98,107	111,204		12,924	13,097	0,173	1,34	01:05	01:19	01:32	01:47			
B288B LRTF RTET K2.5 L02 T160 P20 V2		16.04.2013	165,152	177,820	99,842	112,650		12,668	12,808	0,140	1,11	00:56	01:10	01:23	01:38			
B288B LRTF RTET K2.5 L02 T160 P20 V3		17.04.2013	162,068	174,849	98,359	111,241		12,781	12,882	0,101	0,79	00:54	01:07	01:19	01:34			
B288B LRTF RTET K2.5 L02 T160 P05 V1		19.07.2013	158,450	171,035	98,107	110,777		12,585	12,670	0,085	0,67	00:56	01:29	01:39	01:54			
B288B LRTF RTET K2.5 L02 T160 P05 V2		19.07.2013	160,673	173,375	98,357	111,144		12,703	12,787	0,084	0,66	00:50	01:25	01:35	01:50			
B288B LRTF RTET K2.5 L02 T160 P05 V3		19.07.2013	160,529	173,151	99,842	112,531		12,622	12,690	0,068	0,54	00:52	01:27	01:37	01:52			
B288B LRTF RTET K2.5 L24 T180 P20		26.03.2013	162,069	174,896	100,731	113,567		12,827	12,836	0,009	0,07	00:52	01:05	01:17	01:32	01:38	01:53	
B288B LRTF RTET K2.5 L24 T160 P05																		