RUECKGEWINNUNG VON BINDEMITTEL AUS BITUMINOESEN BELAEGEN ZU PRUEFZWECKEN

SCHLUSSBERICHT

RECUPERATION DES LIANTS DANS LES ENROBES HYDROCARBONES

RAPPORT FINAL

2. TEIL

RINGVERSUCH ZUR OPTIMIERUNG DES LABORVERFAHRENS ZUR RUECKGEWINNUNG VON BINDEMITTEL AUS BITUMINOESEN BELAEGEN

2ÈME PARTIE

ESSAIS INTERLABORATOIRES; OPTIMISATION DU MODE OPERATOIRE

STRASSEN- UND ENTWICKLUNGSLABOR
STIA PRATTELN AG

DR. E. FETZ
C. GRIMM, ING.-CHEM. ETHZ

FORSCHUNGSARBEIT 7/77

AUF ANTRAG DER VEREINIGUNG SCHWEIZERISCHER STRASSENFACHLEUTE (VSS)

DEZEMBER 1987

I N H A L T S V E R Z E I C H N I S

SEITE

	KURZFASSUNG	1 - 9
	RESUME	10 - 17
1.	ALLGEMEINES	
1.1.	Bisheriges Vorgehen	18 - 21
2.	BEGRUENDUNG	22 - 23
3.	AUSLAENDISCHE NORMEN	23 - 25
4.	LABORVERFAHREN	25
4.1.	Zweck	25
4.2.	Geräte	26 - 27
4.3.	Chemikalien	28
4.4.	Durchführen	
4.4.1.	Allgemeines	29
4.4.2.	Einengen Bindemittellösung	29 - 30
4.4.3.	Isolieren Bindemittel	30 - 31
4.4.4.	Kontrollprüfungen am wiedergewonnenen Bindemittel zum Bestimmen von Lösungsmittelresten bzw. -Spuren	31

SEITE

4.4.4.1.	Zweck	31 - 32
4.4.4.2.	HPLC (Hochdruckflüssigkeitschromatographie) zur quantitativen Bestimmung von Toluol in Bitumen	33 - 46
4.4.4.3.	Erläuterungen zur HPLC	46 - 51
4.4.4.4.	Weitere Methoden zur Erfassung von Restlösungsmittel Toluol in Bitumenproben (IR, GC)	52
4.5.	Bedeutung des quantitativen Nachweises von Restlösungsmittel Toluol in Bitumenproben	52 - 53
4.6.	Wahl der Lösungsmittel	53 - 60

ANHANG I : Ringversuch 1, März 1977 61

1.	Ziel und Zweck des Ringversuches	62
2.	Prüfstellen	62
3.	Auswahl der Bindemittel	62
4.	Auswahl der Lösungsmittel	63
5.	Untersuchung der Eigenschaften des Bindemittels	63
6.	Aufwand bei den einzelnen Prüfstellen	63
7.	Erläuterungen zu Resultaten aus Probelauf 1	64
7.1.	B 180/220	64
7.2.	B 40/50	65
7.3.	TB 200/500	65 - 66
7.4.	TB 4000	66
8.	Schlussfolgerungen aus dem Probelauf 1 des Ringversuches	67 - 73

SEITE

ANHANG II : Ringversuch 2, März 1981 74

9. Ziel und Zweck des Ringversuches 75

10. Prüfstellen 75

11. Auswahl der Bindemittel 75

12. Auswahl der Lösungsmittel 76

13. Untersuchung der Kenndaten des Bindemittels 76

14. Aufwand bei den einzelnen Prüfstellen 76

15. Erläuterungen zu Resultaten von Probelauf 2 77

15.1. B 180/220 77 - 78

15.2. B 40/50 78

16. Zusätzliche Ueberprüfung des Laborverfahrens/ Ergänzungsversuche zu früheren Arbeiten mit den Bindemittelsorten B 60/70, B 120/150, TB 2000, TB 200/500, Lösungsmittel Toluol 79 - 80

17. Folgerungen für die Planung, Durchführung und Auswertung von Ringuntersuchungen 81 - 88

2. Teil Ringversuch 2 89 - 97

ANHANG III : Ringversuch 3, Oktober 1986 - Juni 1987 98

18. Ziel und Zweck Ringversuche 99

19. Prüfstellen 99

20. Auswahl der Bindemittel 100

21. Auswahl der Lösungsmittel 100

22. Untersuchung der Eigenschaften des Bindemittels 100

23. Aufwand bei den einzelnen Prüfstellen 100 - 102

SEITE

24.	Erläuterungen zu Prüfergebnissen aus Ringversuch 3	102
24.1.	Bestimmung der Masseänderung	102 - 104
24.2.	Quantitative Bestimmung von Toluol-Resten mit Hilfe der HPLC-Methode	104 - 115
24.3.	Aenderung der konventionellen Konsistenzdaten	115 - 123
24.4.	Zusammenhang zwischen Masseänderung und Viskositätskennwerten	124 - 129
	Laborverfahren, Ringversuch K 271	130 - 133

ANHANG IV : OPTIMIERUNG LABORVERFAHREN 134

25.	Optimierung des Laborverfahrens zur Rückgewinnung von Bindemittel aus Bindemittellösungen	135 - 139
25.1.	Problemstellung	139 - 141
25.2.	Aufstellung der Regressionsgleichung zweiten Grades Y = Zielfunktion = f (Vakuum, Bitumenmasse) Erläuterungen zu Beispielen B 80/100/Toluol, B 60/70/Toluol	141 - 143
25.3.	Statistische Auswertung der Versuchsergebnisse	143 - 153
25.4.	Vergleich der Höhenlinien der jeweiligen Zielfunktion = konst. Anschliessende Parameteroptimierung	154 - 158
25.5.	Experimentelle Bestätigung der Parameteroptimierung betreffend Prüfgutmenge im Zusammenhang mit dem anzupassenden Druck	159 - 160
25.6.	Aufstellung der Regressionsgleichung zweiten Grades Y = Zielfunktion = f (Temp., Vakuum) unter Konstanthaltung der Menge an Prüfgut an der oberen Grenze (200 g) Erläuterungen zu Beispielen B 80/100/Toluol und B 60/70/Toluol	161 - 171
25.7.	Vergleich der Höhenlinien der jeweiligen Zielfunktion Konst. Anschliessende Parameteroptimierung	172 - 178
	Literaturverzeichnis	179

KURZFASSUNG

Bituminöse Bindemittel werden im Strassenbau für die Herstellung von Heissmischgut für Walzasphalt und Gussasphalt verwendet.

Durch das Mischen bei hohen Temperaturen wird das Bindemittel thermisch beansprucht. Zur Feststellung und Beurteilung der Eigenschaften des Bindemittels im fertigen Belag muss dieses extrahiert und isoliert werden.

Neben Veränderungen, welche auf den Mischprozess, die Verarbeitung und den Einbau zurückzuführen sind, lassen sich auch im Langzeitverhalten Veränderungen des Bindemittels als Folge des Gebrauchsverhaltens, unter Berücksichtigung der Einflüsse von Bindemittelsorte, Mischgutsorte, Mischgutzusätzen, Belagsaufbau, Verkehrsbeanspruchung und wechselnden klimatischen Bedingungen beurteilen.

Untersuchungen des durch Rückgewinnung wiedergewonnenen Bindemittels ermöglichen das Feststellen von Veränderungen gegenüber dem ursprünglich verwendeten Bindemittel, sofern dessen Eigenschaften bekannt sind, und erlauben eine einheitliche Beurteilung des vorliegenden Bindemittels.

Beim Recycling von bituminösem Mischgut sind Kennwerte über die Eigenschaften des zur Wiederverwendung gelangenden Materials, und vor allem des gealterten Bindemittels, unbedingt erforderlich.

Zur Beurteilung des Langzeitverhaltens von bituminösen Bindemitteln sind eingehende Kenntnisse der beim Gebrauch vorliegenden Wirkungsmechanismen erforderlich.

Das Festlegen eines einheitlichen Laborverfahrens zur schonenden, lösungsmittelfreien Rückgewinnung von Bindemittel aus bituminösem Mischgut ist somit von grosser Bedeutung.

Das Studium der uns bekannten im Ausland normierten Methoden hat ergeben, dass beachtliche Unterschiede zwischen den einzelnen Verfahren bestehen.

Aufgrund unserer Beurteilung ist festzuhalten, dass keine dieser Methoden ohne weiteres übernommen werden kann. Das von uns vorgeschlagene Laborverfahren weicht in 4 Punkten von den ausländischen Normen ab:

1. Nur ein Lösungsmittel (Toluol).

2. Kein Temperaturwechsel im Laufe der Arbeitsgänge Einengen / Isolieren.

3. Eine Anpassung an die jeweilige Menge an Prüfgut (Bindemittelmenge: 100 - 200 g) im rotierenden Kolben erfolgt durch Einstellung des entsprechenden Vakuums.

4. Zur Sicherstellung der Eliminierung von Lösungsmittelresten aus dem Prüfgut werden als Kontrollprüfung Toluol-Reste oder -Spuren mittels HPLC (Hochdruckflüssigkeitschromatographie) analytisch erfasst.

Der vorliegende Bericht enthält die seinerzeit im Forschungsprogramm 7/77 vorgesehenen Laborarbeiten. Diese umfassten einen Ringversuch (März 1977) in 4 Laboratorien mit 4 verschiedenen Bindemitteln und 2 verschiedenen Lösungsmitteln, wobei jeweils 4 Einzelversuche durchgeführt wurden.

Aufgrund des damals festgestellten Sachverhaltens, dass die Abweichungen unter Vergleichsbedingungen relativ gross ausfielen, wurde im März 1981 ein zweiter Ringversuch mit erneut 4 Prüfstellen, 2 Bindemitteln und 1 Lösungsmittel in Angriff genommen. Zweck dieser Arbeiten war die aufgrund des ersten Probelaufes vom März 1977 angepasste Arbeitsvorschrift für die schonende Rückgewinnung von Bitumen aus vorbereiteten Lösungen im Toluol, auf Genauigkeit und Uebereinstimmung (Reproduzierbarkeit) zu überprüfen.

Der Vergleich der in den einzelnen Laboratorien ermittelten Bindemittelkennwerte an wiedergewonnenen Proben zeigte, dass das bisherige Laborverfahren im grossen und ganzen zuverlässige Resultate gewährleistet und somit die erforderlichen Grundlagen zu dessen Normierung liefert.

Auf Antrag der Fachkommission K 271 "Baustoff-Technologie" der VSS wurde im Sommer 1986 ein neues Arbeitsprogramm aufgestellt, welches u.a. verlangte, bei der Fortsetzung der Ringuntersuchung eine erweiterte Anzahl von Prüfstellen zu beteiligen.

Es wurden folgende Rahmenbedingungen festgelegt:

- Die Anzahl der beteiligten Prüfstellen (bisher 4) ist auf 10 Prüfstellen zu erweitern.

- Die anschliessenden Untersuchungen am rückgewonnenen Bindemittel sollen zwecks besserer Trennung des messtechnischen - vom verfahrensbedingten Fehler (Rückgewinnung) vom gleichen Labor (STIA) durchgeführt werden.

- Die Masseänderung vor und nach der Aufarbeitung soll möglichst genau ermittelt werden (Massenbilanz).

- Für die 10 beteiligten Prüfstellen umfassen die Arbeiten die Aufarbeitung von 2 in Toluol vorgelösten Bitumensorten, wobei jeweils 4 Einzelversuche durchzuführen sind. Apparatur und Arbeitsweise sind entsprechend dem Ringversuch 2 festzulegen.

- Die im Ringversuch 3 einbezogenen Bindemittel umfassen ein Bitumen B 60/70 und ein Bitumen B 80/100. Als Lösungsmittel ist in Anlehnung an die früheren Ringversuche Toluol zu verwenden.

Ringversuch 3 ergab folgende Resultate:

- Es wurde übereinstimmend eine positive Masseänderung (= relative Massenzunahme nach der Aufarbeitung in Toluol) gefunden, welche im Gesamtdurchschnitt + 0.33 Masse-% bei B 60/70, bwz. + 0.30 Masse-% bei B 80/100 ausmachte. Diese relativ hohen Werte der Masseänderung deuten auf das Vorhandensein von Lösungsmittelresten im wiedergewonnenen Bindemittel hin. Die Ursache könnte darin liegen, dass die relativ hohe Bindemittelmenge von 200 g im Destillationskolben wesentlich verschärfte Destillationsbedingungen erfordern als Mengen von 100 - 125 g.

- Als Ersatz für die unbefriedigende, fehleranfällige Prüfmethode zur Bestimmung der Masseänderung wurde eine Labormethode zur hochpräzisen Erfassung von Lösungsmittelresten (> 0.1 Masse-%) oder -Spuren (< 0.1 Masse-%) erarbeitet.

  Diese neue Prüfmethode basiert auf einem hochempfindlichen Hochdruckflüssigkeitschromatographie-System (HPLC) mit einer Trennleistung bei Toluol bis 0.02 Masse-%.

Die statistische Auswertung der mit diesem HPLC-Trennsystem bei insgesamt 16 Proben gefundenen Restmengen an Toluol ergibt je nach Bindemittelhärte differenzierte Resultate. Das vollständige Austreiben von Lösungsmittelresten bei relativ "weichen" Bitumensorten wie B 80/100 mit Restmengen von 0.25 - 0.37 Masse-% Toluol ist bedeutend kritischer als bei relativ "harten" Bitumensorten wie B 60/70 mit Restmengen von 0.20 - 0.24 Masse-% Toluol.

Die Bestimmungen rheologischer Kenndaten am rückgewonnenen Bindemittel (Penetration 25°C, Erweichungspunkt R+K, dynamische Viskosität bei 60°C und 130°C) zeigten, dass diese Konsistenzparameter unter den angewendeten Destillationsbedingungen generell eine Tendenz zur abnehmenden Viskosität nach Aufarbeitung in Toluol aufweisen. Bei beiden Bindemitteln, B 80/100 und B 60/70, war eine etwa gleiche Abnahme des Erweichungspunktes R+K von etwa 1.6°C festzustellen, während die anderen Konsistenzwerte (Penetration, dynamische Viskosität) einen im Vergleich zum vorigen Kennwert überproportionalen Anstieg bzw. Abfall aufwiesen.

Als wichtige Schlussfolgerung aus Ringversuch 3 ist festzuhalten, dass die Prüfgutmenge die Endviskosität stark beeinflusst. Eine zunehmende Menge an Prüfgut ist innerhalb der üblicherweise aufgearbeiteten Mengen von 100 g bis 200 g mit einer Viskositätsabnahme verbunden. Das Ausmass dieser Viskositätsabnahme ist sehr unterschiedlich und beträgt im Mittel:

	B 60/70	B 80/100
EP R+K	- 3.2 %	- 3.6 %
Pen (25°C)	+ 5.8 %	+ 19.6 %
Dyn. Visk. (60°C)	- 29.4 %	- 34.2 %

Dieser Sachverhalt erforderte die Abklärung der Zusammenhänge von Prüfgutmenge, Bindemittelsorte und Destillationsbedingungen.

Bezugnehmend auf die im Forschungsauftrag 7/75 verwendeten statistischen Methoden der multiplen Regressionsanalyse und der daraus abgeleiteten Erkenntnisse über die Abhängigkeit der Zielfunktion (= Endviskosität) von Druck, Temperatur, Destillationszeit, darf davon ausgegangen werden, dass der Druck (Vakuum) zur Verbesserung der Trennschärfe des Bitumen/Lösemittel-Gemisches am besten geeignet ist.

In Anlehnung an die in der Forschungsarbeit 7/75 verwendeten statistischen Methoden der faktoriellen Versuchsplanung wurden, nach gezielter Entwicklung eines erweiteten, nichtorthogonalen faktoriellen Versuchsplans, 9 Versuche (= Rückgewinnung von in Toluol vorgelösten Bitumenproben der Bitumensorte B 80/100 bzw. B 60/70), umfassend 5 Variationen der in Frage kommenden Einflussgrössen (Vakuum, Bitumenmasse im Destillationskolben), durchgeführt.

Die statistische Auswertung der Versuchsergebnisse mit Hilfe eines Labor-Computers erfolgte mit dem Ziel, Aussagen über die Wirkung der einzelnen Faktoren zu machen. Gleichzeitig wurde versucht quantitative Gesetzmässigkeiten aus den aufgestellten Regressionspolynomen ableiten zu können.

Entsprechend den jeweils verwendeten Variableneinheiten und Variablenniveaus konnte festgestellt werden:

- Höhere Bitumenmasse im Destillationskolben bewirkt erwartungsgemäss tiefere Konsistenzwerte (Erweichung).

- Stärkeres Vakuum bewirkt höhere Konsistenzwerte (Verhärtung).

- Es wurde keine signifikante Wirkung dieser Faktoren auf die dynamische Viskosität bei 130°C gefunden. Die Ursache hierfür dürfte vermutlich in der Verfälschung der gemessenen Viskositäten bei 130°C infolge der unvermeidlichen Verflüchtigung von Toluol-Resten während der Temperierung der Probe (Temperierdauer 1 Std.) liegen.

Zusammenfassend ergibt sich folgendes Bild:

Hinsichtlich erweichendem bzw. verhärtendem Einfluss wirken Bitumenmasse und Vakuum in entgegengesetzter Richtung. Der Einfluss einer höheren Menge an Prüfgut (Bitumenmasse) lässt sich durch den eines stärkeren Vakuums auszugleichen.

Von entscheidender Bedeutung zeigt der Vergleich der Höhenlinien der untersuchten Zielfunktionen (Penetration 25°C, Erweichungspunkt R+K, dynamische Viskosität bei 60°C), die festgestellte Gesetzmässigkeit der gegenseitigen Beeinflussung höherer Mengen an Prüfgut durch stärkeres Vakuum und umgekehrt.

Diese gegenseitige Abhängigkeit ist als sehr wichtiger Befund zu beurteilen und beeinflusst die Parameteroptimierung wie folgt:

- Ausgehend von einer Menge an Prüfgut von 100 g, bei entsprechenden Variablenniveaus für Temperatur, Druck und Destillationszeit (vgl. Tabelle 2, Seite 32), erfordert bei sonst gleichbleibenden Prüfbedingungen eine gestaffelte Erhöhung der Bitumenmasse um 25 g, die Herabsetzung des Vakuums um ca. 5.4 mbar (B 80/100) bzw. 6.8 mbar (B 60/70).

Aufgrund der durchgeführten Parameteroptimierung erfolgt eine Ueberarbeitung des Laborverfahrens zur Rückgewinnung von Bindemittel aus bituminösen Belägen. Diese Arbeitsweise zur schonenden und "lösungsmittelfreien" Rückgewinnung von Bindemittel aus bituminösen Belägen ist im Abschnitt 4 des vorliegenden Berichtes beschrieben und entspricht dem heutigen Stand der Erkenntnisse.

Unter Berücksichtigung von im Ausland geltenden Prüfvorschriften (DIN, LCPC, RILEM) ermöglicht das vorliegende Laborverfahren die Charakterisierung des als optimal zu bezeichnenden Bindemittelzustandes, bei welchem das nach Aufarbeitung in Toluol zurückgewonnene Bindemittel, weder durch Lösungsmittelreste erweichend beeinflusst, noch durch Abdestillieren von leichtflüchtigen Anteilen verhärtet wird. In diesem Zusammenhang wird gezeigt, dass sich die in den Abschnitten 4.4.3.1. und 4.4.3.2. beschriebene HPLC-Methode, aufgrund der grossen Leistungsfähigkeit (Erfassung Spuren von Toluol bis 0.02 Masse-%) und des relativ geringen Zeitaufwandes, zur Charakterisierung des optimalen Zustandes besser eignet als infrarotspektrographische (IR) oder gaschromatographische Methoden (GC).

Bei der Anwendung der Gaschromatographie ist eine Verschmutzung der Säulen, durch nichtflüchtige oder schwerflüchtige Anteile des Bitumens nicht zu vermeiden, während die Infrarotspektroskopie infolge der vorliegenden sehr niedrigen Toluol-Konzentrationen als ungeeignet zu beurteilen ist (Probenzubereitung in Küvette, Verdunstung von Toluol aus Bitumenfilmen auf NaCl.).

In Uebereinstimmung mit dem im RILEM-Verfahren festgelegten Grenzwert von 0.1 Masse-% Restlösungsmittel im Bindemittel wurde anhand von Penetrations-, Viskositäts- und Erweichungspunktmessungen nachgewiesen, dass die resultierende Endviskosität des zurückgewonnenen Bindemittels bei Konzentrationen > 0.10 Masse-% Restlösungsmittel eindeutig beeinflusst wird.

Mit dem vorliegenden Bericht sind die theoretischen und experimentellen Arbeiten zur Forschungsarbeit 7/77, 2. Teil "Ringversuch und anschliessende Optimierung des Laborverfahrens zur Rückgewinnung von Bindemittel aus Bindemittellösungen", abgeschlossen.

Das im Rahmen dieser Arbeit überarbeitete Laborverfahren soll als Grundlage für neue, diesmal auf bituminösem Mischgut basierende Forschungsarbeiten mit anschliessendem Ringversuch (2 Mischgutsorten, 2 Bitumensorten, 10 Prüfstellen) dienen.

Die Resultate dieser geplanten Forschungsarbeiten werden die erforderlichen Grundlagen für die Normierung eines Laborverfahrens "Rückgewinnung von Bindemittel aus bituminösem Mischgut" liefern.

RESUME

Le bitume est utilisé en construction routière dans la préparation des revêtements hydrocarbonés à chaud ainsi que dans l'asphalte coulé.

Lors du malaxage en centrale à hautes températures, le liant subit des sollicitations thermiques. L'étude de l'évolution des propriétés du liant au cours du malaxage, puis sous l'action du temps et des conditions d'environnement, présuppose la récupération sans modifications significatives de ses propriétés, du liant soluble, après son extraction d'un enrobé bitumineux ou d'un asphalte coulé, mis désagréger dans un solvant adéquat.

De surcroît, le développement important pris par les techniques nouvelles de remise en bon état des couches bitumineuses de surface des chaussées, par restauration en place ou recyclage en centrale, crée un besoin pressant de pouvoir s'assurer de façon suffisamment précise et fiable, des propriétés du liant après quelques années de mise en service des matériaux hydrocarbonés.

Des recherches récentes ont d'ailleurs montré que le vieillissement du bitume, qui de façon générale représente l'élément évolutif agissant sur la durabilité des matériaux, est un phénomène encore mal connu, du fait même de sa complexité.

La mise au point d'une méthode de récupération susceptible d'être appliquée par tous les laboratoires routiers revêt par conséquent une importance particulière.

L'étude des méthodes pratiquées en d'autres pays que la Suisse (DIN, ASTM, LCPC, RILEM) révèle qu'il existe des différences considérables entre ces différentes méthodes, certaines anciennes, d'autres plus modernes.

En définitive, il apparaît qu'aucune des méthodes pratiquées à l'étranger, ne peut être reprise et adoptée intégralement sans modification en Suisse.

Le procédé présenté ici se distingne en effet des autres procédés mentionnés ci-dessus par au moins quatre points:

1. Emploi d'un seul et unique solvant pour la récupération (toluène).

2. Pas de changement de température du bain d'huile de l'évaporateur rotatif entre la 1ère phase de distillation du solvant et la seconde phase d'extraction du solvant résiduel avec contrôle.

3. Prise en considération de la masse du bitume résiduelle dans le ballon (de 100 g à 200 g) par adaptation de la dépression à appliquer lors de la seconde phase.

4. Application d'une méthode originale de contrôle de la présence ou de l'absence de solvant résiduel par chromatographie liquide à hautes performances (anglais: HPLC).

Comme le titre du présent rapport le rappelle, il y est tout d'abord question des travaux exécutés dans le cadre du mandat de recherche 7/77, lesquels consistaient en un essai interlaboratoire comprenant 4 laboratoires, et portant sur quatre types de liant et deux solvants (mars 1977).

Vu le manque de préparation qui affecta cet essai interlaboratoire, les résultats individuels furent très dispersés et la portée finale de l'essai extrêmement réduite.

Dès mars 1981 fut organisé un second essai interlaboratoire avec la participation des mêmes laboratoires; mais le nombre des différents types de liant fut réduit à deux; pour le solvant, on ne retint que le toluène.

Les résultats obtenus alors furent plus encourageants; ensuite de quoi le mode opératoire adopté provisoirement lors de cet essai fut jugé satisfaisant.

A l'initiative de la commission technique 271 de la VSS "Technologie des matériaux", un noveau programme de travail fut arrêté en été 1986.

On y prévoyait notamment:

- D'étendre l'essai interlaboratoire à 10 laboratoires.

- De limiter la tâche de chaque laboratoire au traitement de quatre échantillons de bitume B 80/100 et de quatre échantillons de bitume B 60/70 préalablement dissous dans du toluène.

- Subsidiairement, il était demandé à chaque laboratoire de procéder à un bilan de masse sur le bitume, avant et après récupération.

- L'examen des caractéristiques habituelles de viscosité de chaque échantillon ainsi traité était confié à un seul et même laboratoire (STIA), cela afin de mieux cerner les variances interlaboratoire dues au procédé de récupération par rapport aux erreurs de mesure pouvant affecter les caractéristiques retenues telles que pénétration à 25°C, point de ramollissement anneau et bille, viscosité dynamique à 60°C et 130°C.

- La masse du bitume résiduel dans le ballon de distillation fut portée à 200 g, au lieu de 100 et 125 g comme ce fut le cas jusqu'alors.

- L'appareillage et le mode opératoire étaient repris des précédents essais interlaboratoires sans modification.

Une constation unanime s'imposa à l'issue de cette nouvelle série d'essais, à savoir l'augmentation de masse, déterminée pondéralement, après récupération; on trouva pour le bitume B 80/100 une augmentation moyenne de 0.30 % masse, tandis que le bitume B 60/70 fut trouvé justiciable d'une augmentation encore plus forte de 0.33 % masse, ce qui était considérable au vu des exigences actuelles en la matière (max. 0.1 % masse).

Parallèlement à cet exercice de détermination du bilan de masse, forcément imprécis eu égard à la précision demandée de ± 0.1 g = 100 mg, on choisit 8 échantillons d'un laboratoire X et 8 autres d'un laboratoire Y, par moitié en bitume B 80/100 et en bitume B 60/70, pour subir le contrôle en solvant résiduel par la méthode originale de chromatographie liquide. Les teneurs en solvant résiduel, déterminées d'une part par intégration des surfaces sous les pics, d'autre part proportionnellement à la hauteur des pics, n'ont, sur le plan de la technique HPLC, révélé aucune différence significative.

S'agissant du bitume B 60/70, les valeurs individuelles étaient comprises entre 0.20 et 0.24 % masse de toluène, abstraction faite du facteur de variation intégration / hauteur des pics; par contre, le bitume B 80/100 trahissait des valeurs plus élevées, lesquelles variaient entre 0.25 et 0.37 % masse.

L'influence de ces teneurs élevées en solvant résiduel s'est marquée de façon très nette sur toutes les caractéristiques des deux bitumes étudiés, déterminées après récupération des solutions de toluène; exprimées en valeurs relatives et moyennes, les différences mesurées entre le bitume non-soumis au processus de récupération et le bitume récupéré sont considérables dans les caractéristiques de pénétralibité et viscosité; l'incidence du solvant résiduel sur le point de ramollissement anneau et bille a cependant été beaucoup moins forte que dans les deux cas précédents:

	B 60/70	B 80/100
Pt. de ramollissement a. et b.	- 3.2 %	- 3.6 %
Pénétrabilité	+ 5.8 %	+ 19.6 %
Viscosité dynamique 60°C	- 29.4 %	- 34.2 %

L'interprétation de ces résultats conduit à la conclusion que la masse de bitume dans le domaine étudié (200 g) a une influence prépondérante sur les caractéristiques du bitume récupéré.

De fait, le facteur masse du bitume a été jusqu'à présent considéré à tort comme négligeable dans toutes les études publiées et connues à ce jour sur le sujet.

Au vu de ce qui précède, il fut décidé de reprendre l'étude de l'influence des paramètres opératoires relatifs à la 2ème phase d'extraction du solvant résiduel ou, à tout le moins, de certains de ces paramètres et de procéder ensuite à une optimisation (détermination du niveau optimum d'un ou plusieurs paramètres en fonction de la quantité de bitume dans le ballon).

Pour ce faire, on tint largement compte des résultats trouvés lors de la recherche précédente 7/75, s'agissant de l'influence des paramètres température, vide, et temps de distillation sur la viscosité finale du liant récupéré à partir de solutions dans le toluène. Pour contrebalancer l'influence de la masse du bitume lorsque cette dernière varie entre 100 et 200 g, il a semblé logique de jouer sur le paramètre dépression (vide) plutôt que sur le paramètre température ou temps de destillation, en raison de considérations à la fois théoriques (influence prépondérante du facteur dépression au-dessus d'un certain seuil de température de l'ordre de 140°C) et pratiques (des températures de 160°C et plus comme préconisées dans le procédé RILEM provoquent des émanations d'huiles du bain ainsi chauffé extrêmement gênantes; en outre, à ces températures on peut craindre une oxydation du bitume; enfin, de telles températures ne correspondent pas aux conditions normales de distillation de la 1ère phase sous vide léger de 400 - 500 mbar à 145°C).

A partir d'un plan d'expérience factoriel portant sur les 2 variables considérées (dépression et masse du bitume dans le ballon), échelonnées chacune d'elle sur 5 niveau différents (dépression: 10, 20, 30, 40, 50, mbar; masse du bitume: 100, 125, 150, 175, 200 g), on exécuta 9 récupérations suivant le schéma combinatoire prescrit par le plan d'expérience factoriel.

Une exploitation statistique des résultats d'essai ayant trait aux trois caractériques habituellement considérées, à savoir pénétrabilité, point de ramoillissement anneau et bille et viscosité à 60°C et 130°C, fut menée à chef grâce à un micro-ordinateur. On put établir ainsi les polynômes de régression du 1er et 2ème degré liant les caractéristiques considérées aux facteurs susmentionnés (dépression, masse). En opérant les tests statistiques nécessaires, on s'aperçut que, mise à part la pénétration, les polynômes du 1er degré décrivaient de façon adéquate les relations recherchées. On put vérifier alors, compte tenu évidemment du niveau médian choisi pour les variables et du module unitaire choisi pour les variables réduites, que les 2 facteurs considérés exerçaient bien sur les caractéristiques du bitume une influence de sens opposé et d'intensité sensiblement plus forte pour le facteur dépression.

Afin de quantifier ces influences et en déduire une règle pratique, on calcula à partir des polynômes de régression les équations des lignes de niveau pour une valeur constante de la variable dépendante correspondant aux caractéristiques du bitume dans son état original.

On trouva ainsi pour chaque caractéristique étudiée très sensiblement la même règle, laquelle peut s'énoncer ainsi:

- Une augmentation de masse de 25 g peut être compensée, dans le domaine étudié de 100 - 200 g, par une réduction de la pression de 5.4 mbar pour le bitume B 80/100, et de 6.8 mbar pour le bitume B 60/70, étant entendu que les niveaux de dépression pour une masse de 100 g est au départ de 40 mbar (B 80/100), respectivement de 33 mbar (B 60/70).

Puis la règle étant posée, on procéda à une vérification expérimentale qui confirma la règle; ensuite de quoi on entreprit la mise à jour du mode opératoire, en introduisant le nouveau paramètre masse du bitume résiduel.

Certes, dans la pratique, lorsqu'il s'agit de récupérer un liant d'un enrobé bitumineux ou d'un asphalte coulé, en vue d'en étudier les caractéristiques, la masse du bitume résiduel dans le ballon n'est pas connue d'avance, mais elle peut toujours se calculer approximativement si la teneur en liant et la masse de l'enrobé sont déterminées.

A propos du mode opératoire ainsi révisé, on souligne à nouveau que celui-ci repose sur des conditions d'essai beaucoup moins sévères que dans la plupart des procédés étrangers, particulièrement en ce qui concerne la température.

Il est indiqué également que, lorsque la récupération du liant est pratiquée dans des buts de recherche ou pour une enquête à la suite d'un échec sur chantier, le contrôle de la présence ou de l'absence de solvant résiduel est obligatoire.

Une série d'essais complémentaires sur des échantillons de bitume contenant des quantités croissantes de solvant (toluène) a montré qu'au-dessous d'un seuil de 0.1 % masse, il n'y a pas d'influence significative du solvant résiduel sur les caractéristiques habituellement considérées; cette limite de 0.1 % masse est également celle proposée par le procédé RILEM.

Si l'examen de contrôle par HPLC révèle une teneur supérieure à 0.1 % masse, il faut répéter l'opération d'extraction du solvant résiduel durant 10 minutes au moins.

Les avantages du nouveau procédé de détection du solvant résiduel par HPLC sont décrits dans le présent rapport; à ce sujet, il faut mentionner tout d'abord l'extrême sensibilité de la méthode, permettant de détecter des traces de solvant résiduel (0.02 % masse), puis la relative rapidité d'exécution de l'analyse (moins d'une demi-heure), enfin le choix des solvants et de leur gradient, permettant un lavage et un reconditionnement de la colonne très efficace.

En considérant les problèmes liés à la récupération du liant à partir d'un enrobé bitumineux, et non plus d'un échantillon de bitume préalablement dissous dans un solvant adéquat, deux difficultés majeures, jusqu'à présent mal ou peu étudiées, viennent à l'esprit.

Il s'agit tout d'abord de l'élimination complète des fines, dont il peut subsister des quantités non-négligeables après centrifugation (teneur en cendre moyenne d'après une étude statistique environ 0.3 % masse).

En second lieu, des études récentes, utilisant des techniques d'analyse très performantes par chromatographie sur gel perméable (GPC ou SEC, anglais Size exlusion chromatography) ont mis en évidence des phénomènes d'associations moleculaires chez des bitumes mis en solution dans des solvants divers, ces phénomènes étant eux-mêmes assujettis à la concentration de la solution, à son âge et à sa température.

Du coup, lorsqu'on vise à la récupération du liant d'un enrobé bitumineux afin d'en étudier les caractéristiques, la question se pose de savoir s'il y a lieu de procéder, oui ou non:

- A une dissolution du liant de l'enrobé désagrégé, à température ambiante (extraction à froid) ou à la température d'ébullition et de condensation du toluène, soit 110°C (extraction à chaud).

- De limiter le temps de contact bitume/solvant à la durée la plus courte possible, ou par exemple à une durée de 12 heures, 24 heures peut-être.

On constate donc, que la présente étude n'a pas résolu tous les problèmes, qu'elle n'est qu'une contribution aux investigations menées depuis plusieurs années sur ce sujet, qu'elle appelle par les problèmes qu'elle soulève d'autres études encore, plus passionnantes peut-être.

FA 7/77 "RUECKGEWINNUNG VON BINDEMITTEL AUS BITUMINOESEN BELAEGEN ZU PRUEFZWECKEN"

1. Allgemeines

1.1. Bisheriges Vorgehen

Im Antrag der ehemaligen Baustoff-Kommission K 4 um die Gewährung eines Forschungskredites für "Rückgewinnung von Bindemittel aus bituminösen Belägen zu Prüfzwecken" vom 4. September 1974 zu Handen der Koordinationskommission II der Vereinigung Schweizerischer Strassenfachleute VSS wurde das Bedürfnis für ein einheitliches und zuverlässiges Laborverfahren zur schonenden und lösungsmittelfreien Rückgewinnung von Bindemittel aus bituminösen Belägen begründet. Im Arbeitsprogramm des Forschungsantrages wurde vorgeschlagen, das Forschungsprogramm in zwei Teilen zu bearbeiten.

Für Teil 1, Optimierung Laborverfahren zur Rückgewinnung von Bindemittel zu Prüfzwecken, Forschungsauftrag 7/75 wurde der beantragte Kredit bewilligt.

Der Schlussbericht dieser Bearbeitung wurde von der Forschungsstelle Strassenbaulabor STIA PRATTELN AG am 20. Dezember 1976 publiziert.

Die im Rahmen dieses Forschungsauftrages 7/75 Teil 1 erarbeiteten, theoretischen und experimentellen Grundlagen führten zu einem Laborverfahren (Vakuumdestillation im Rotationsverdampfer), welches im Laufe der Zeit mehr und mehr an Bedeutung gewann und zurzeit in der Schweiz die gebräuchlichste Methode darstellt.

Nach Abschluss der im Teil 1 vorgesehenen Arbeiten und Berichterstattung wurde zur Fortsetzung des im Forschungsprogramm vom 13. September 1974 festgehaltenen Vorgehens ein zweiter Kreditantrag für Teil 2, Ringversuch, bewilligt (Forschungsauftrag 7/77).

Als Grundlage für die in Teil 2, Ringversuch, auszuführenden Arbeiten diente das nach Methoden der statistischen Versuchsplanung in Teil 1, Optimierung Laborverfahren zur Rückgewinnung von Bindemittel aus bituminösen Belägen zur Prüfzwecken, erarbeitete Laborverfahren.

Der im Forschungsprogramm 7/77 vorgesehene Teil 2 bestand in einer ersten Stufe aus einem Ringversuch in 4 Laboratorien mit 4 verschiedenen Bindemitteln und 2 verschiedenen Lösungsmitteln, wobei jeweils 4 Einzelversuche durchgeführt wurden.

Die Laborversuche umfassten die Aufarbeitung von im jeweiligen Lösemittel vorgelösten Bindemittelproben mit der im Schlussbericht Forschungsauftrag 7/75 festgelegten Apparatur und Arbeitsweise. Ziel des Ringversuches war, die aufgrund der im ersten Teil des Forschungsauftrages 7/75 festgelegten Arbeitsvorschrift auf Durchführbarkeit, Genauigkeit und Uebereinstimmung zu überprüfen.

Die Resultate und die bei der Anwendung dieses Laborverfahrens gemachten Erfahrungen in der Praxis sind im Anhang I des vorliegenden Berichtes, Seite 61 - 73, enthalten.

Im Hinblick auf die dabei festgestellte Tatsache, dass das Ausmass der Abweichungen der Untersuchungsresultate unter Vergleichsbedingungen, bei den Prüfungen am Ausgangsbindemittel in Grössenordnung der Abweichungen nach der Aufarbeitung im Lösungsmittel entsprechen, wurden im März 1981 die Untersuchungen mit einer weiteren Ringanalyse (Probelauf 2: 4 Prüfstellen, 2 Bindemittel, 1 Lösungsmittel) fortgesetzt. Ziel dieser weiteren Bearbeitung war die Ueberprüfung auf Genauigkeit und Uebereinstimmung (Reproduzierbarkeit), die aufgrund von Probelauf 1 angepasste Arbeitsvorschrift zur schonenden Rückgewinnung von Bitumen aus Lösungen im Toluol resultierte.

Die Resultate von Probelauf 2 sind im Anhang II, Seite 74 - 98, des vorliegenden Berichtes kommentiert.

Der Vergleich der in den verschiedenen Laboratorien ermittelten Bindemittelkennwerte an wiedergewonnenen Bindemittelproben zeigte, dass das geprüfte Laborverfahren im grossen und ganzen zuverlässige Resultate gewährleistet und somit die zur vorgesehenen Normierung erforderlichen Grundlagen liefert.

Im Rahmen der Reorganisation der Arbeitsbereiche der VSS-Fachkommissionen erfolgte 1986 innerhalb der neuen Fachkommission K 271 "Baustoff-Technologie" die Zusammenlegung der Aktivitäten der bisherigen Subkommissionen SK 4/3 "Bestimmung des Bitumengehaltes" und SK 4/5 "Aufarbeiten von extrahiertem Bindemittel" in der neuen Subkommission SK 271/5 "Rückgewinnung bituminöser Bindemittel". Für die weitere Bearbeitung wurde ein neues Arbeitsprogramm festgelegt und ein weiterer Ringversuch geplant (vgl. Anhang III, Seite 98 - 133).

Dabei wurden folgende Festlegungen getroffen:

- Erhöhung der Anzahl Prüfstellen von 4 auf 10.

- Die Untersuchungen am rückgewonnenen Bindemittel sind zur besseren Abgrenzung der messtechnischen von den verfahrensbedingten Fehlern (Rückgewinnung) durch ein einzelnes Labor (STIA) durchzuführen.

- Die Menge an Prüfgut im Destillationskolben ist auf 200 g (bisher 100 - 125 g) zu erhöhen.

- Die Masseänderung vor und nach der Aufarbeitung ist möglichst genau zu ermitteln (Massenbilanz).

- Die Arbeiten für die 10 beteiligten Prüfstellen umfassen die Aufarbeitung von 2 in Toluol vorgelösten Bitumen, wobei jeweils 4 Einzelversuche durchzuführen sind. Apparatur und Arbeitsweise entsprechen den vorangegangenen Ringversuchen.

- Die Prüfstelle STIA verpflichtet sich, einen zusammenfassenden Bericht über sämtliche, bis anhin durchgeführten Ringversuche Mitte 1987 vorzulegen. Bezugnehmend auf im Ausland geltende Prüfvorschriften (DIN, RILEM, LCPC), soll ein überarbeitetes Laborverfahren festgelegt werden (vgl. Anhang IV, Seite 134 - 178), welches als Grundlage für neue, diesmal auf bituminösem Mischgut basierende Forschungsarbeiten mit anschliessender Ringuntersuchung dienen soll (2 Mischgutsorten, 2 Bitumensorten, 10 Prüfstellen).

Ziel dieser bevorstehenden Forschungsarbeiten ist zunächst, im Zusammenhang mit der Wirksamkeit der Zentrifuge, die Klärung der Frage, ob und gegebenfalls in welchem Masse der nach der Extraktion gemäss SN 671 955a im wiedergewonnenen Bindemittel verbliebene Filler (im Durchschnitt Aschegehalt ca. 0.3 Masse-%), die Viskositätseigenschaften desselben beeinflussen kann; analytische Methoden zur Bestimmung dieses Filleranteils sollen entwickelt, darüberhinaus ein Grenzwert des höchstzulässigen Gehaltes festgelegt werden.

In einem weiteren Schritt soll, im Zusammenhang mit lösungsmittelbedingten Veränderungen des Bindemittels, die Frage geklärt werden, ob und gegebenfalls in welchem Masse, das Extraktionsverfahren, d.h. die Kaltextraktion, bei der das Herauslösen des Bindemittels mit kaltem Lösungsmittel erfolgt; und/oder die Heissextraktion, bei der das Herauslösen des Bindemittels mit einem im Kreislauf zum Sieden und Kondensieren gebrachten Lösungsmittel erfolgt, einen Einfluss auf die Bindemitteleigenschaften ausüben kann.

2. Begründung

Bitumen wird im Strassenbau hauptsächlich zur Herstellung von Heissmischgut für Walz- und Gussasphalt verwendet.

Durch das Mischen bei hohen Temperaturen wird das Bindemittel thermisch beansprucht. Zur Feststellung und Beurteilung der Eigenschaften des Bindemittels im fertigen Belag muss dieses extrahiert und isoliert werden.

Neben Veränderungen, welche auf den Mischprozess, die Verarbeitung und den Einbau zurückzuführen sind, lassen sich auch Langzeitverhalten und Veränderungen des Bindemittels unter Berücksichtigung der Einflüsse von Bindemittelsorte, Mischgutsorte, Belagsaufbau, Verkehrsbeanspruchung, klimatischen Bedingungen und andere Umfeldeinflüsse erfassen.

Untersuchungen des durch Rückgewinnung wiedergewonnenen Bindemittels ermöglichen das Feststellen von Veränderungen gegenüber dem ursprünglich verwendeten Bindemittel, sofern dessen Eigenschaften bekannt sind, und erlauben eine einheitliche Beurteilung des vorliegenden Bindemittels.

Beim Recycling von bituminösem, gebrochenem oder gefrästem Altbelag sind Angaben über die Eigenschaften des zur Wiederverwendung gelangenden Materials unbedingt erforderlich. Zur Beurteilung der Eigenschaften des Bindemittels in Altasphalt eignen sich die Bestimmungen von Penetration, Erweichungspunkt R+K und die dynamische Viskosität bei 60°C und 130°C. Die Festlegung von Bindemittelsorte und -Menge des damit hergestellten Ergänzungsmischgutes kann aufgrund dieser relativ einfachen Beurteilungskriterien, unter Berücksichtigung von Erfahrungen aus der Praxis erfolgen.

$Pen < 10 \cdot 10^{-1}$ mm ⟶ Bitumen ist nicht wiederverwendungsfähig

$10 < Pen < 30 \cdot 10^{-1}$ mm ⟶ Einsatz von plastifizierenden Zusätzen in Verbindung mit weicheren Bitumen oder Verwendung von Spezialbindemitteln

$Pen > 30 \cdot 10^{-1}$ mm ⟶ Einsatz einer weicheren Bitumensorte oder Verwendung von Spezialbindemitteln

Die bisherige Recycling-Technologie beruht auf der Annahme, dass Bitumen ähnlicher chemischen Zusammensetzung, ähnliche physikalische Eigenschaften aufweisen und somit untereinander in beliebigen Mischungsverhältnissen mischbar sind.

Neuere Erkenntnisse, aufgrund systematischer Laborbearbeitungen von künstlich gealterten Bitumen, stehen in Widerspruch zur bisherigen Theorie.

Das Alterungsverhalten von Bitumen ist bisher nur teilweise erforscht und bedarf weiterer intensiver Abklärungen. Das Festlegen eines einheitlichen praktikablen Laborverfahrens zur schonenden und lösungsmittelfreien Rückgewinnung von Bindemittel aus bituminösen Belägen ist als wesentliche Grundlage zur Fortsetzung der Abklärungen zum Erfassen der im Verlaufe des Gebrauchs bituminöser Bindemittel ablaufenden Mechanismen zu betrachten.

3. Ausländische Normen

Das Studium der uns bekannten im Ausland normierten Methoden hat ergeben, dass beachtliche Unterschiede zwischen den einzelnen Verfahren bestehen. Die nachfolgende Tabelle 1 ermöglicht einen Vergleich der verschiedenen Verfahren.

TABELLE 1 : VERGLEICH VON DREI AUSLÄNDISCHEN LABORVERFAHREN ZUR RÜCKGEWINNUNG VON BITUMINÖSEN BINDEMITTELN

	PRÜFMETHODE		
	DIN 1996, TEIL 6	RILEM (1)	LCPC, PROV. (2)
Apparatur	Vakuum-Destilliergerät mit rotierendem Kolben (Vakuum-Destilliergerät mit stehendem Kolben)	Vakuum-Destilliergerät mit rotierendem Kolben	Einfaches Destilliergerät mit stehendem Kolben
Verwendete Lösungsmittel	Toluol Trichloraethan Dichloromethan (= Methylenchlorid)	Benzol Toluol Dichloromethan 1,1,1-Trichloromethan Trichloraethan u.a.	Benzol Trichloraethan
Destillationsbedingungen: a) beim Einengen	Luft- oder Flussigkeitsbad bei 80-100°C Restdruck <200 mbar Das Einengen ist beendet, wenn keine wesentlichen Lösungsmittelmengen mehr überdestillieren.	Oelbadtemp. und Druck lösungsmittelabhängig: z.B.: CH_2Cl_2 40°C, 500 mbar Toluol 120°C, 300 mbar Das Einengen ist beendet, wenn kein Lösungsmittel mehr überdestilliert.	Einfache Destillation bei atmosphärischem Druck Temp. = 145-155°C Das Einengen ist praktisch beendet, falls Temp. steigt.
b) beim Isolieren	Vortemperiertes Oelbad bei 175 ± 5°C Druck innert 5-10 Min. reduziert bis Endvakuum von 15-25 mbar erreicht ist und praktisch kein Lösungsmittel mehr überdestilliert. Danach Endvakuum 10 + 1 Min. lang gehalten.	Oelbadtemp. bei 160°C Druck innert 20 Min. stetig reduziert bis Endvakuum von 80 mbar erreicht ist. Danach Endvakuum von 80 mbar 15 Min. lang gehalten. Das Isolieren ist als praktisch beendet angesehen, falls keine Blasen mehr im Bindemittelsumpf entstehen.	Unter Inertgasstrom wird das Isolieren während 30 Min. bei max. 155°C vollzogen
Einsatz eines Schutzgases	-	-	Verwendung von Stickstoff als Schutzgas (2 l/Min.)
Menge an Prüfgut	keine Vorschrift	ca. 150 g	max. 120 g
Kontrollprüfungen am wiedergewonnenen Bindemittel auf Lösungsmittelreste (>0.1 Masse-%) oder -Spuren (<0.1 Masse-%)	keine Vorschrift	IR-Spektrographische Untersuchungen. Falls Lösungsmittelreste noch vorhanden, Arbeitsgang "Isolieren" wird wiederholt	IR-Spektrographische Untersuchungen. Falls Lösungsmittelreste noch vorhanden, Arbeitsgang "Isolieren" wird wiederholt
Anwendungsbereich	Das DIN-Verfahren ist für bituminösen Massen mit Verschnittbitumen, mit Teer sowie mit Gemischen aus Teer und Bitumen nicht geeignet	Das Verfahren ist auf mit Bitumen hergestelltem Mischgut beschränkt	Das Verfahren ist auf mit Bitumen hergestelltem Mischgut beschränkt

(1) Commission Technique 56 MHM "Matériaux hydrocarbonés": Méthode de récupération du liant soluble extrait d'enrobés bitumineux; Projet de mode opératoire avec évaporateur rotatif, février 1986

(2) LCPC, Contôles de composition des enrobés bitumineux: récupération du bitume dans un enrobé; Projet de modes opératoires, novembre 1974

Eine Uebernahme einer dieser Methoden ist aufgrund der im Anhang IV, Optimierung Laborverfahren, Seite 134 - 179, enthaltenen ausführlichen Begründungen nicht möglich.

Ohne auf die Einzelheiten des im Rahmen dieses Forschungsauftrages entwickelten Laborverfahrens einzugehen, ist darauf hinzuweisen, dass sich dieses von den ausländischen Methoden durch 3 wichtige Punkte unterscheidet:

1. Als Lösungsmittel wird nur Toluol verwendet.

2. Es findet kein Temperaturwechsel zwischen den beiden Arbeitsgängen Einengen/Isolieren statt, d.h. vom Anfang an wird das Oelbad bei dem der jeweiligen Bindemittelart und -Sorte zugeordneten Temperaturniveau gehalten.

3. Eine Anpassung an die jeweilige Menge an Prüfgut (100 - 200 g) wird durch Einstellung des entsprechenden Vakuums berücksichtigt.

4. Laborverfahren

Rückgewinnung von Bindemittel aus bituminösen Belägen zu Prüfzwecken.

4.1. Zweck

Beim Rückgewinnungsverfahren wird die nach der Kaltoder Heissextraktion angefallene Bindemittellösung qualitativ durch Abdestillieren des Lösungsmittels zurückgewonnen.

4.2. Geräte

Pos. 1 Vakuumrotationsverdampfer mit stufenloser Regelung der Drehzahl, Intensivkühler und Schnellhebevorrichtung

Pos. 2 Verdampferkolben 1'000 ml

Pos. 3 Auffangkolben 1'000 ml

Pos. 4 Thermostatisiertes Oelbad mit Umwälzung und Temperaturregelung (zulässige Schwankungen: ± 0.2°C)

Pos. 5 Vakuumpumpe

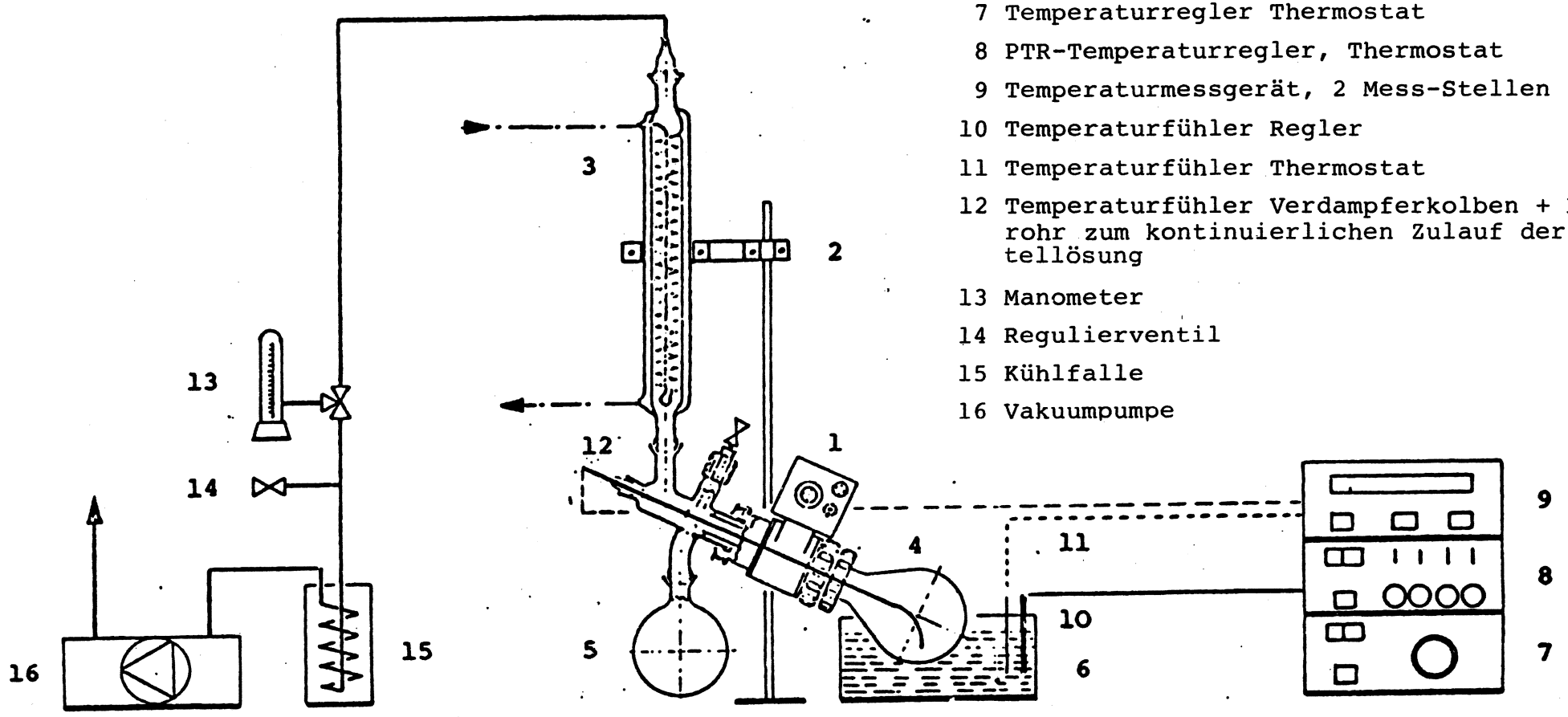
Pos. 6 Feinmanometer

Pos. 7 Druckregulierventil

Pos. 8 Kühlfalle

Anstelle der in Pos. 1-8 aufgeführten Elemente können vorteilhaft Rotationsverdampfer mit vollautomatischem Betrieb eingesetzt werden (gesteuerte Magnetventile, Vakuumkonstanthalter, Einstellung der erforderlichen Rotationsgeschwindigkeit sowie des erforderlichen Destillationsdruckes über Drehpotentiometer des Steuermoduls mit digitaler Anzeige der gegenwärtigen Badtemperatur (Istwert), der gewünschten Badtemperatur (Sollwert), der Dampftemperatur, des gegenwärtigen Druckes (Istwert), des gewünschten Druckes (Sollwert), der Rotationsgeschwindigkeit, der verbleibenden sowie der abgelaufenen Destillationszeit).

1 Vakuumrotationsverdampfer
2 Stativ mit Schnellhebevorrichtung
3 Intensivkühler
4 Verdampferkolben
5 Auffangkolben
6 Thermostat mit Umwälzpumpe
7 Temperaturregler Thermostat
8 PTR-Temperaturregler, Thermostat
9 Temperaturmessgerät, 2 Mess-Stellen
10 Temperaturfühler Regler
11 Temperaturfühler Thermostat
12 Temperaturfühler Verdampferkolben + Einleiterohr zum kontinuierlichen Zulauf der Bindemittellösung
13 Manometer
14 Regulierventil
15 Kühlfalle
16 Vakuumpumpe



Skizze 1 : Apparatur Vakuumrotationsverdampfer

4.3. Chemikalien

Toluol purum.

Toluol techn. erfüllt bezüglich Reinheitsgrad die Anforderungen nicht und muss mittels Destillieren gereinigt werden.

Mit der Verwendung von Toluol als Lösungsmittel sind den untenstehenden Punkten besonders Beachtung zu schenken:

- Das Lösungsmittel darf zur Rückgewinnung nur einmal eingesetzt werden. Von der mehrmaligen Verwendung des Lösungsmittels ist Abstand zu nehmen (Verunreinigung des Lösungsmittels durch Schliff-Fett, Bindemittelzusätze u.a.m.).

  Kenndaten Toluol:

- Siedepunkt	110.6°C
- Dampfdichte	3.2 (Luft = 1)
- Flammpunkt	4.0°C
- Explosionsgrenzen von Luft-Toluol-Gemischen	1.27 - 7.0 % Toluol
- Gefahrenklasse	A I
- MAK Wert	100 ppm 380 g/cm3
- Giftklasse	4

Toluol ist ein brennbares organisches Lösungsmittel. Einatmen der Lösungsmitteldämpfe, Kontakt von Haut und Augen mit Lösungsmittel vermeiden.

4.4. Durchführen

4.4.1. Allgemeines

Zweck des Versuches ist die Isolierung des vorliegenden bituminösen Bindemittels, damit mit konventionellen Prüfverfahren rheologische Kenndaten dieses Bindemittels bestimmt werden können.

Die anfallende Menge an Prüfgut (isoliertes Bindemittel) ist aufgrund der Mischguteinwaage, Mischgutsorte und dem in Zusammenhang stehenden Bindemittelgehalt auf ± 5 g im voraus abzuschätzen.

4.4.2. Einengen Bindemittellösung

Manueller Betrieb

- Oelbad auf die der Bindemittelsorte zugeordnete Temperatur gemäss Tabelle 2 aufheizen.

- Ca. 500 ml Bindemittellösung mit Trichter in Verdampferkolben einfüllen. Der Verdampferkolben darf nie mehr als bis zur Hälfte gefüllt werden.

- Verbinden des Einleitrohres des Rotationsverdampfers mit der restlichen Bindemittellösung.

- Nach Destillation eines Teils des Lösungsmittels ist bei eingeschalteter Vakuumpumpe einen Restdruck zwischen 400 - 500 mbar einzustellen. Daraus ergeben sich folgende Vorteile:

  a) Der Vorgang beim Einengen wird beschleunigt

b) Der durch das Einleitrohr erfolgende kontinuierliche Zulauf der Bindemittellösung wird mit der Destillatmenge gleichgehalten.

- Bei Erreichen einer Destillatmenge von ca. 1 l im Auffangkolben, wird das leichte Vakuum aufgehoben und der Auffangkolben geleert. Dann wird das Einengen fortgesetzt. Das Einengen ist als beendet anzusehen, wenn keine wesentlichen Lösungsmittelmengen mehr überdestillieren.

Automatischer Betrieb

Beim automatischen Dauerbetrieb bietet sich nach angelaufener Destillation die Möglichkeit an, die Apparatur nicht mehr bei konstantem Vakuum, sondern über die Dampftemperatur konstant zu halten (Taste "Controlled vapour temp.").

Der Mikroprozessor kontrolliert kontinuierlich die Dampftemperatur. Sinkt diese um 5°C, weil kein Lösungsmittel mehr verdampft, erfolgt der Abschaltprozess durch das Steuergerät über die Stufen Unterbruch Rotation Kolben, Belüftung Kolben, Kolben ausfahren, abstellen Kühlwasserzufuhr (Verzögerung 2 Minuten).

4.4.3. Isolieren Bindemittel

Zum vollständigen Entfernen des Lösungsmittels wird der Druck in dem im Oelbad eingetauchten rotierenden Kolben innert 2 Minuten stetig reduziert bis das der vorhandenen Menge an Prüfgut zugeordnete Endvakuum gemäss Tabelle 2 erreicht ist. Nach Erreichen des Endvakuums sollte praktisch kein Lösungsmittel mehr überdestillieren und dementsprechend im Intensivkühler kein Lösungsmittelkondensat sichtbar sein.

Ab diesem Zeitpunkt wird der Enddruck 20 Minuten lang gehalten. Danach Vakuum entlasten, Verdampferkolben aus Bad anheben, Rotation Verdampferkolben einstellen, Verdampferkolben von der Apparatur trennen und rückgewonnenes Bindemittel in flüssigem Zustand aus Verdampferkolben ausfliessen lassen.

4.4.4. Kontrollprüfungen am wiedergewonnenen Bindemittel auf Lösungsmittelreste (> 0.1 Massse-% Toluol) bzw. -Spuren (< 0.1 Masse-% Toluol)

4.4.4.1. Zweck

Zur Erfassung der Anteile von Restlösungsmittel im isolierten Bindemittel (Toluol > 0.1 Masse-%) sind moderne, hochempfindliche, instrumentelle, analytische Methoden erforderlich.

Tabelle 2 : Destillationsbedingungen

Bindemittelmasse im Kolben	Bindemittelsorte			
	B 40/50 B 60/70 B 180/220	B 80/100 B 120/150	TB 2000	TB 600/1100 TB 200/500
100 g ± 5	145 °C 33 mbar (25 mm Hg)	145 °C 40 mbar ± 1 (30 mm Hg) ± 2	135 °C 47 mbar (35.4 mm Hg)	135 °C 54 mbar (40.6 mm Hg)
125 g ± 5	145 °C 26 mbar (19.5 mm Hg)	145 °C 35 mbar (26.3 mm Hg)		
150 g ± 5	145 °C 19 mbar (14.3 mm Hg)	145 °C 29 mbar (21.8 mm Hg)		
175 g ±	145 °C 12 mbar (9.0 mm Hg)	145 °C 24 mbar (18.0 mm Hg)		
200 g ±	145 °C 5 mbar (3.75 mm Hg)	145 °C 18 mbar (13.5 mm Hg)		

1 mm Hg = 133,322 Pa ; 105 Pa = 1 bar ;

Toleranzen Temperatur ± 1 °C
Druck ± 1 mbar ± 2 Torr
Dest.Zeit ± 1 Min.

4.4.4.2. HPLC (Hochdruckflüssigkeitschomatographie) zur quantitativen Bestimmung von Toluol in Bitumen

Apparatur: Hochdruckflüssigchromatograph Serie 4 (Perkin Elmer)
Injektionssystem : ISS 100 (Perkin Elmer)
Säulendimension : Länge = 25 cm; $\emptyset_i$ = 4.0 mm
Stationäre Phase : Li-Chrosorb RP 18, 10 µm (Knauer)
Detektor : UV 220 nm (LC 95, Perkin Elmer)

Bestimmung:

Fliessmittel: A = 750 ml Methanol,
HPLC - Grade Rathburn
250 ml Wasser bidest.

B = Tetrahydrofuran,
HPLC - Grade Rathburn

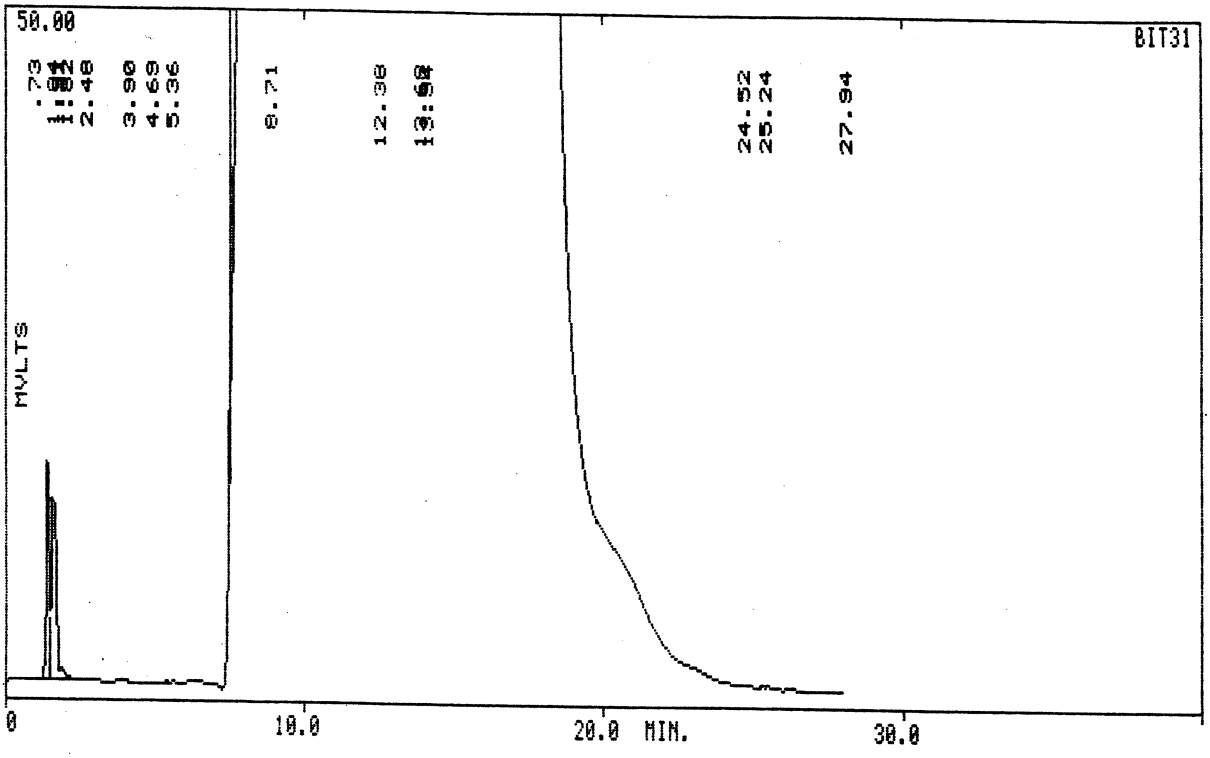
Gradient:

Zeit (Min.)	% A	% B
0	100	-
5.0	100	-
5.1	-	100
15.0	-	100
15.1	100	-
27.0	100	-

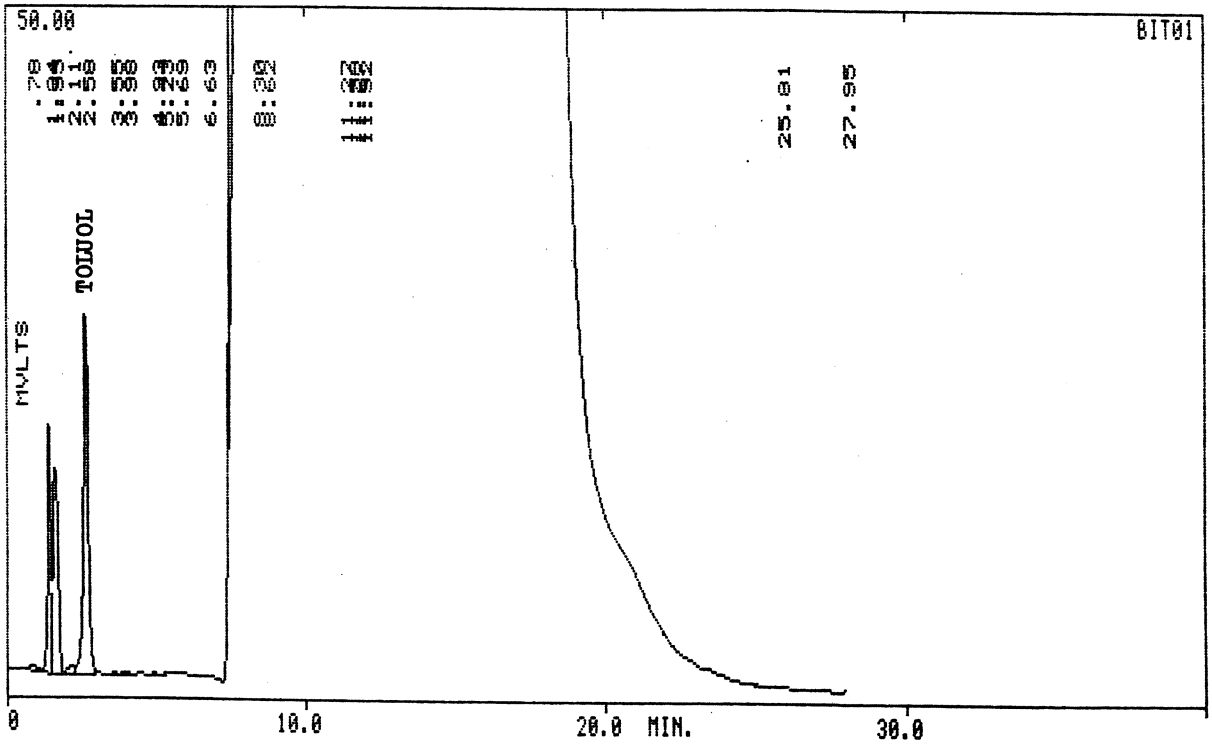
Bemerkung: Die Wahl dieser Gradienten ermöglicht, die Säule jeweils mit Lösungsmittel zu reinigen.

Säulenkonditionierung:	ca. 1 Stunde
Säulenvordruck:	ca. 140 bar
Durchfluss:	2.0 ml/Min.
Temperatur:	38°C
Eichlösung:	ca. 1 g Toluol (Einwaage auf 0.2 mg genau) werden in einem 50 ml Messkolben in Tetrahydrofuran gelöst und auf die Messmarke genau eingestellt. Davon werden 2.00 ml abpipettiert und mit Tetrahydrofuran auf 50.0 ml verdünnt.
Probelösung:	ca. 0.5 g der Probe (Einwaage auf 0.2 mg genau) werden in einem 50 ml Messkolben in Tetrahydrofuran gelöst auf die Messmarke genau eingestellt.
Injektion:	10 µl der Eich-, bzw. Probelösung
Berechnung:	Mittels externer Standardmethode (Peak-Höhe oder Peak-Integration)
Trennleistung und Empfindlichkeit:	bis 0.02 Masse-% Toluol-Spuren

Gradienten-Profil



Test



SANDOZ AG

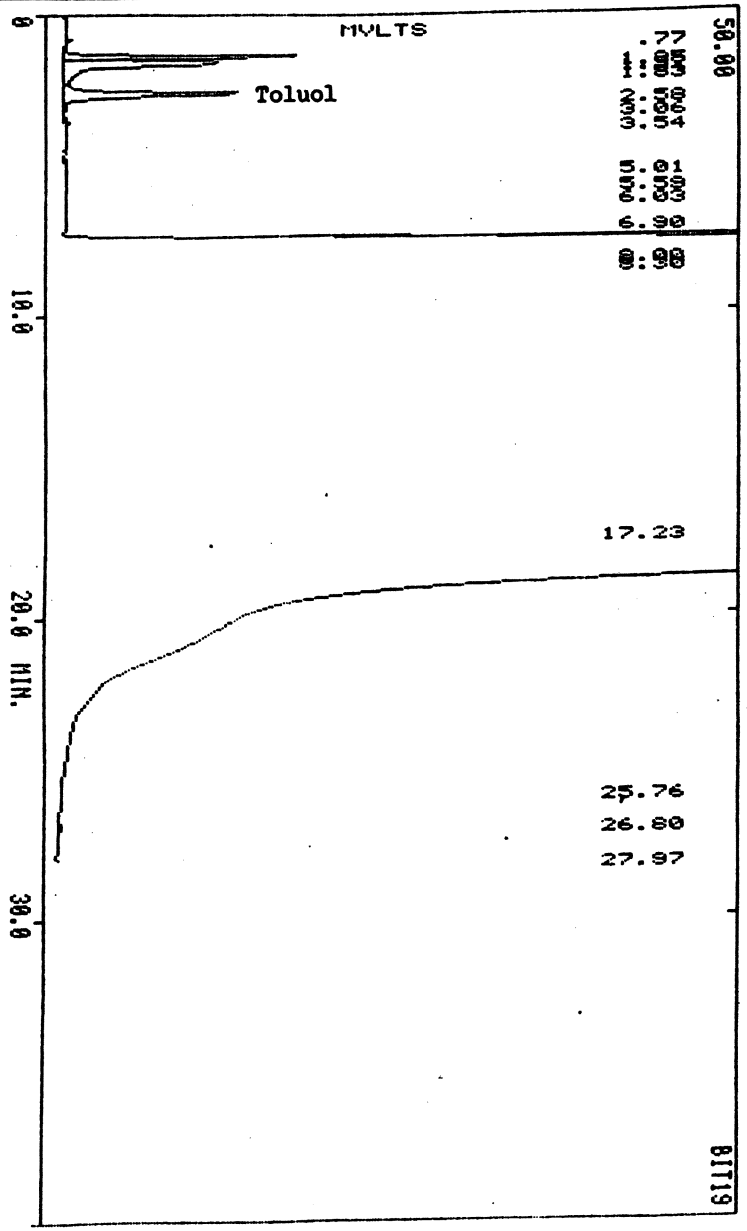
Analytische Abteilung **Farben/Chemikalien**

Analysenverfahren No. 1425

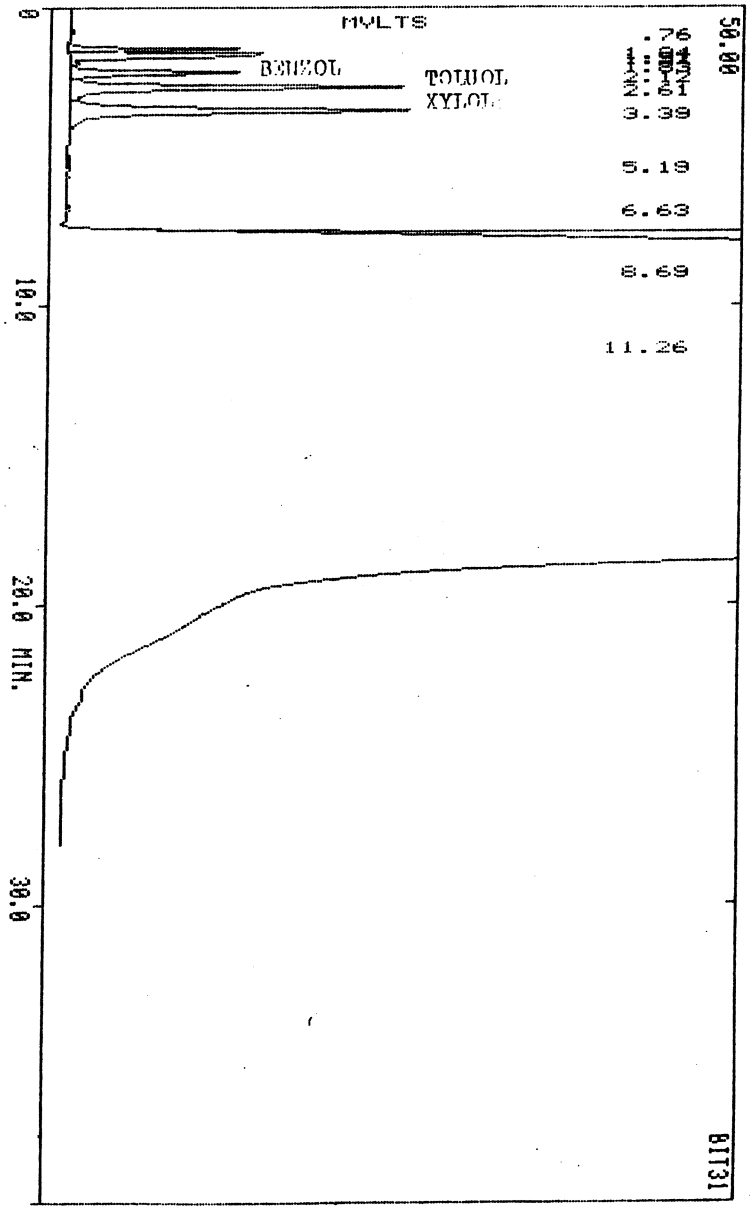
Produkt: Bitumen

Datum: 15.9.87

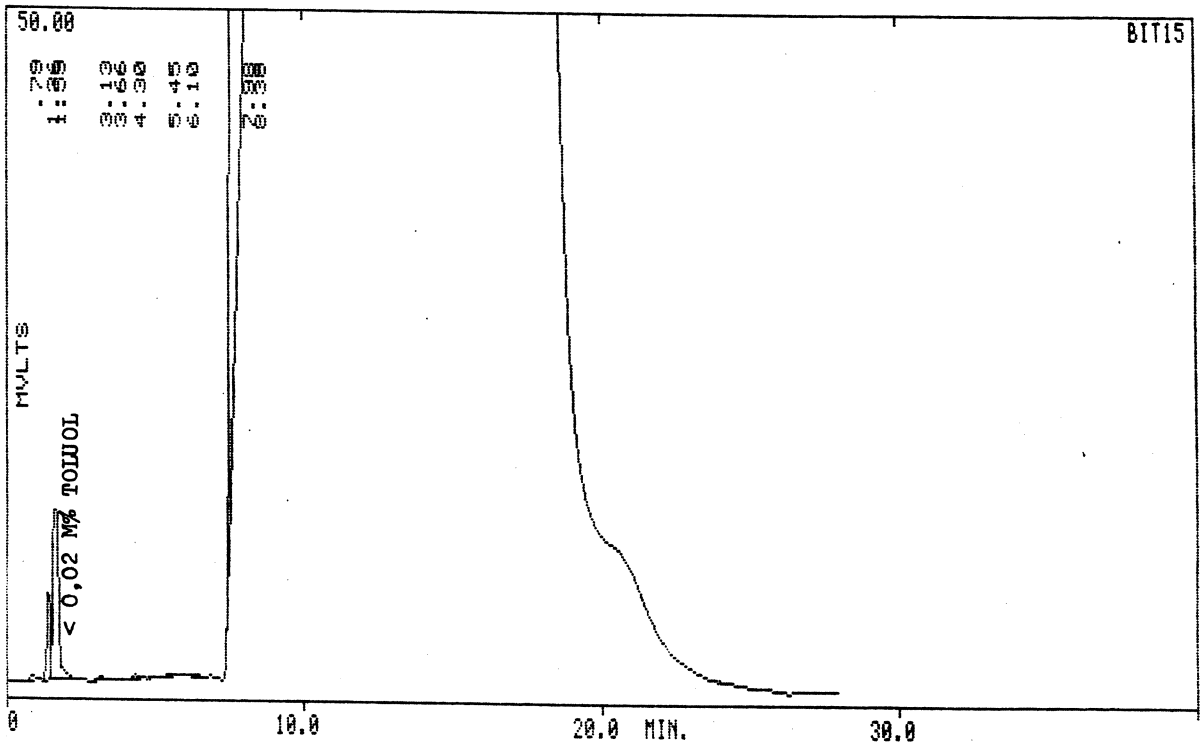
Hochdruckflüssigchromatogramm



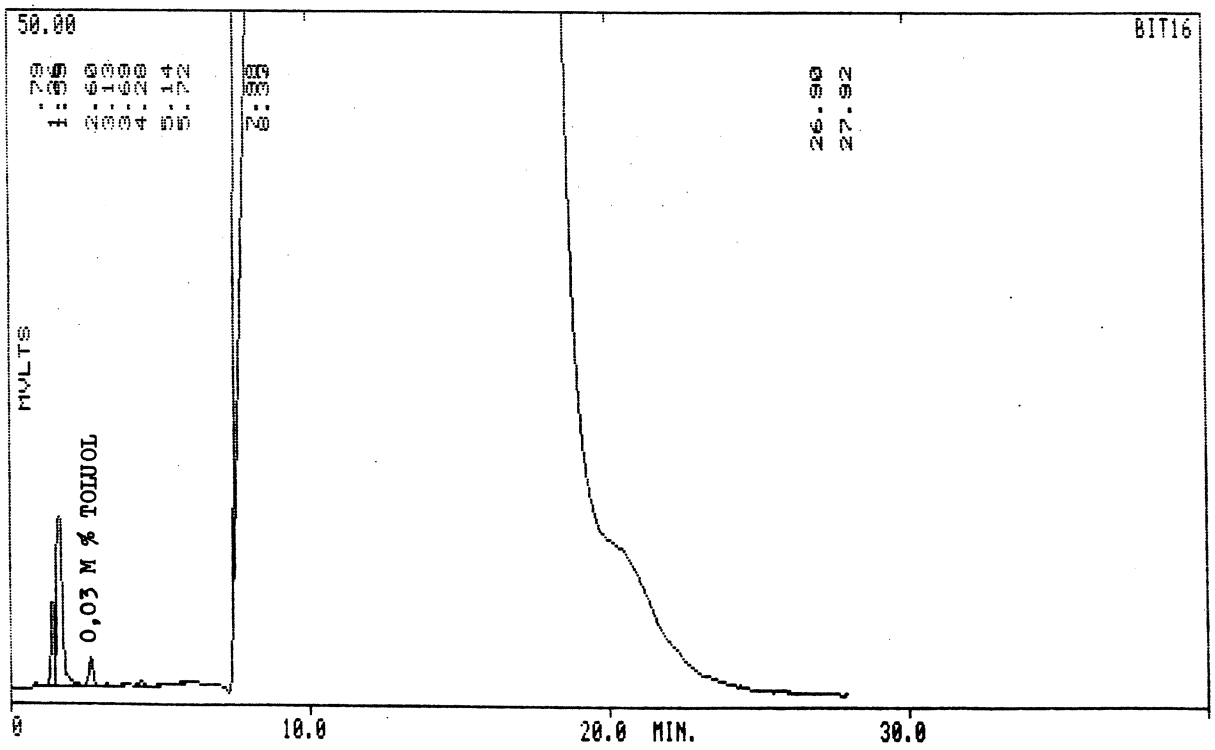
Gemisch : BE / TO / XG
BENZOL / TOLUOL / XYLOL



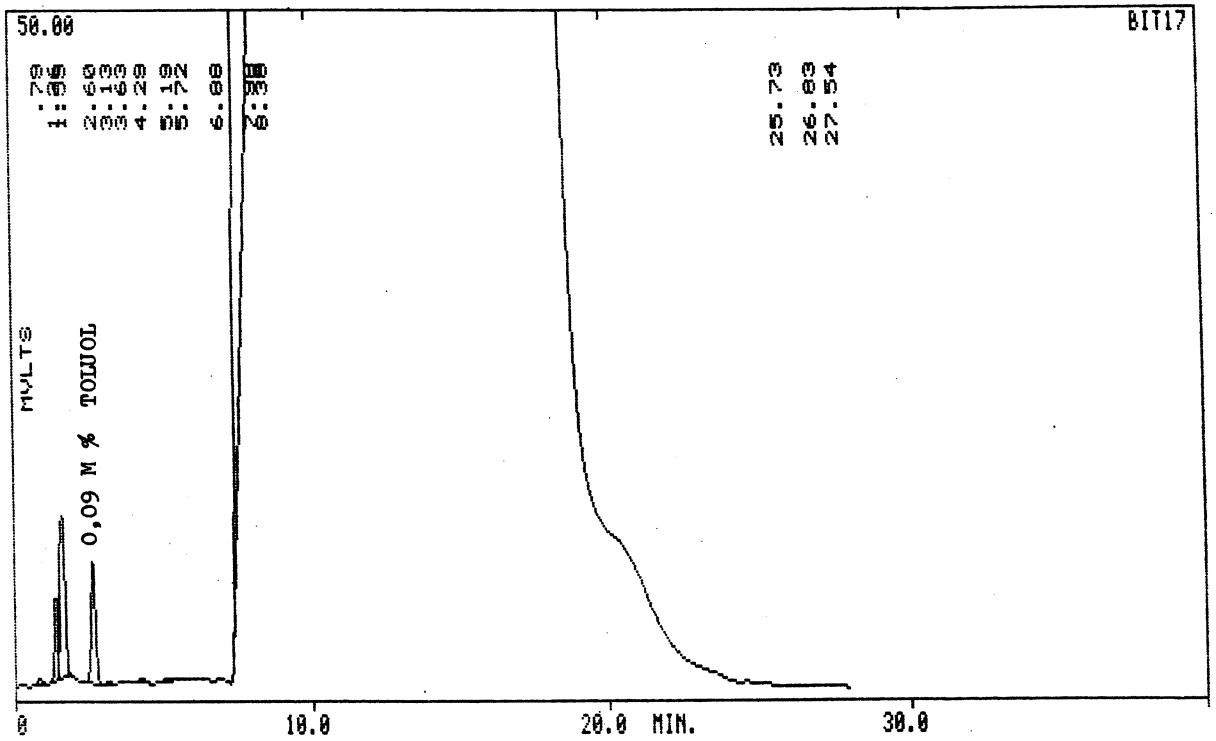
B 60/70 KO / reines B 60/70



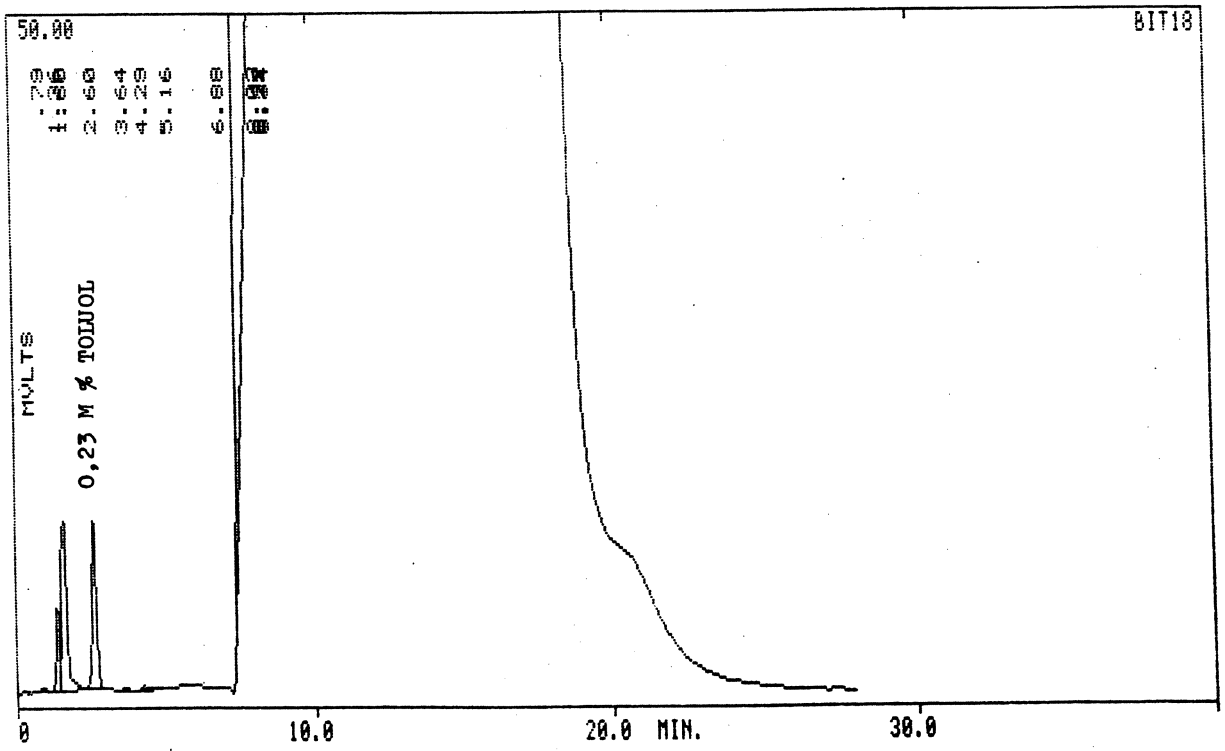
B 60/70 K 1



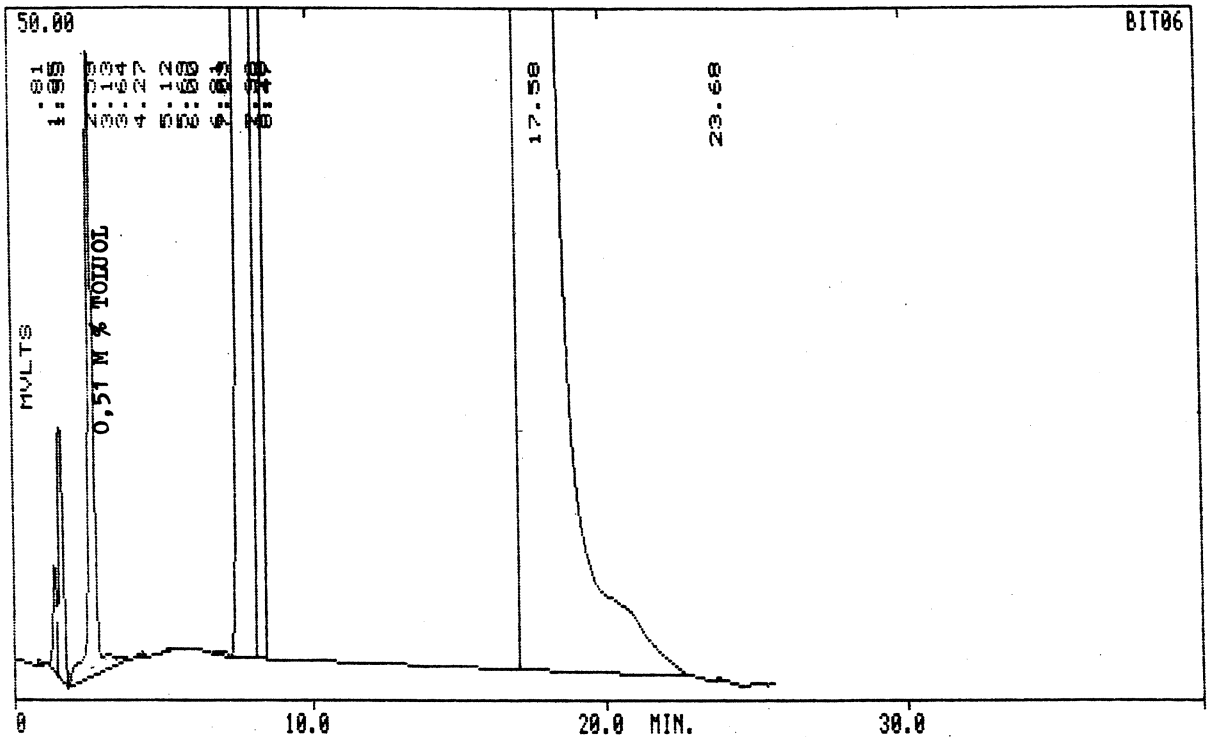
B 60/70 K 2



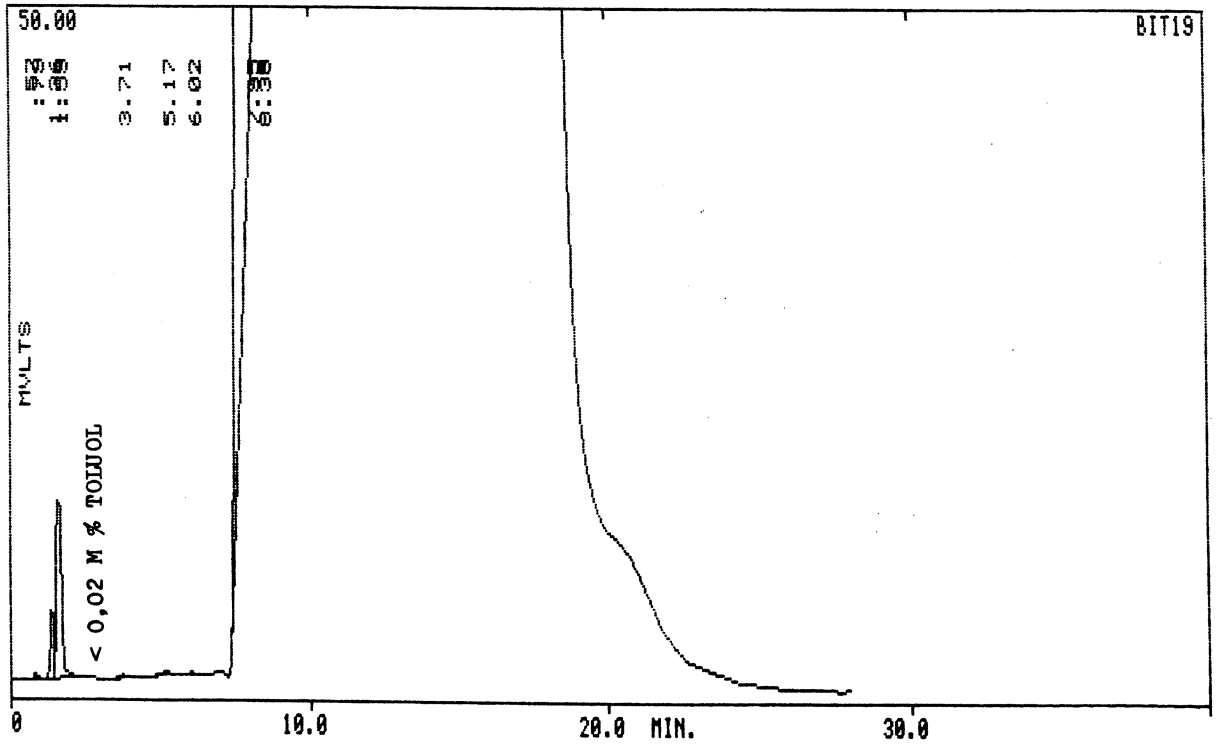
B 60/70 K 3



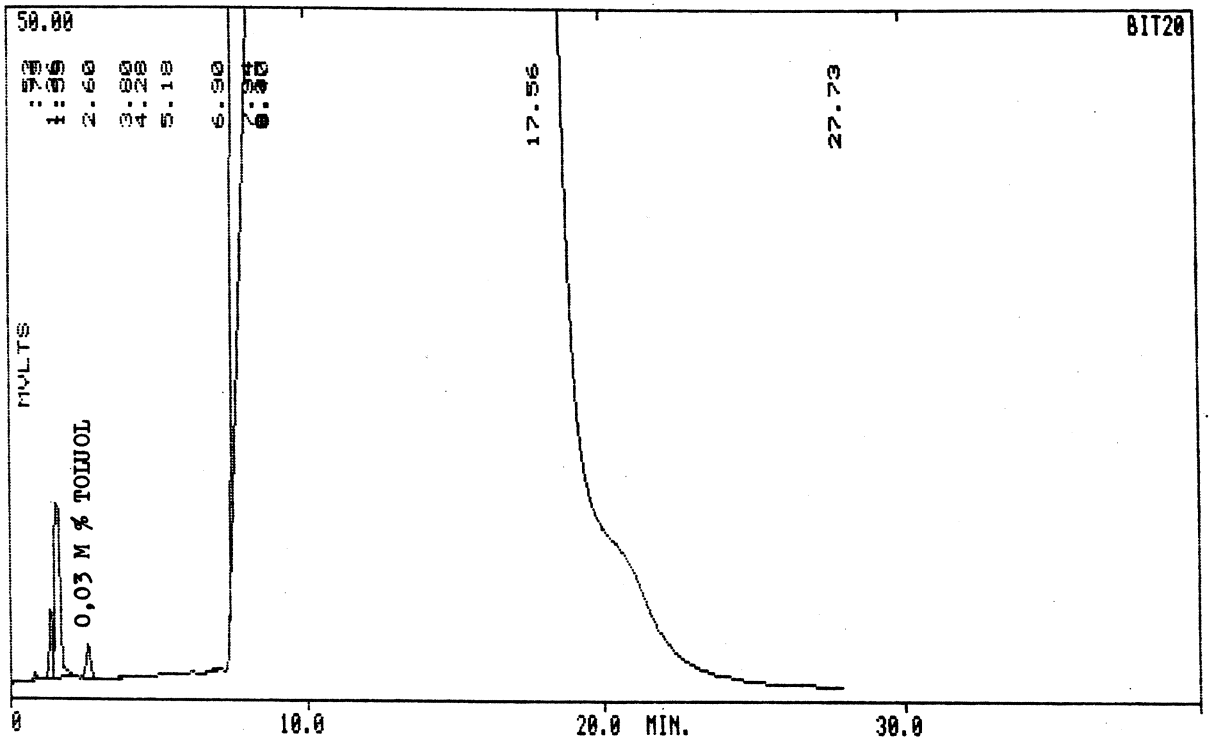
B 60/70 K 4



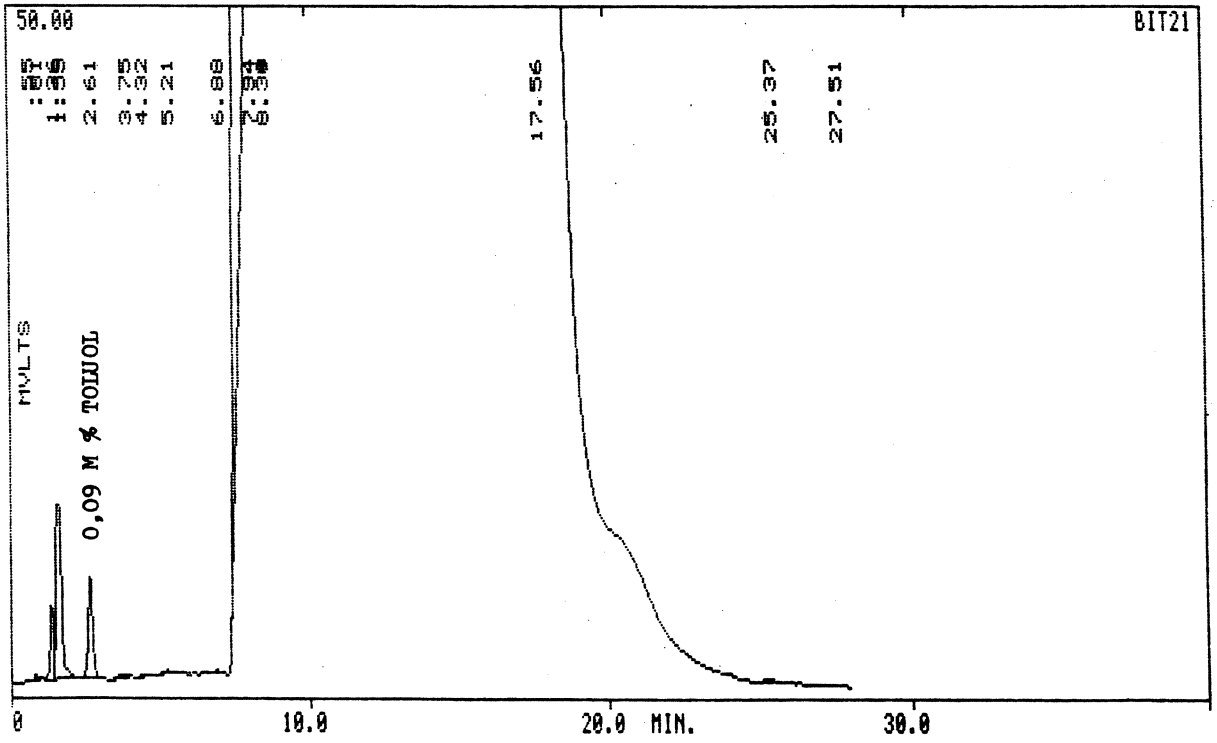
B 80/100 K 5 / reines B 80/100



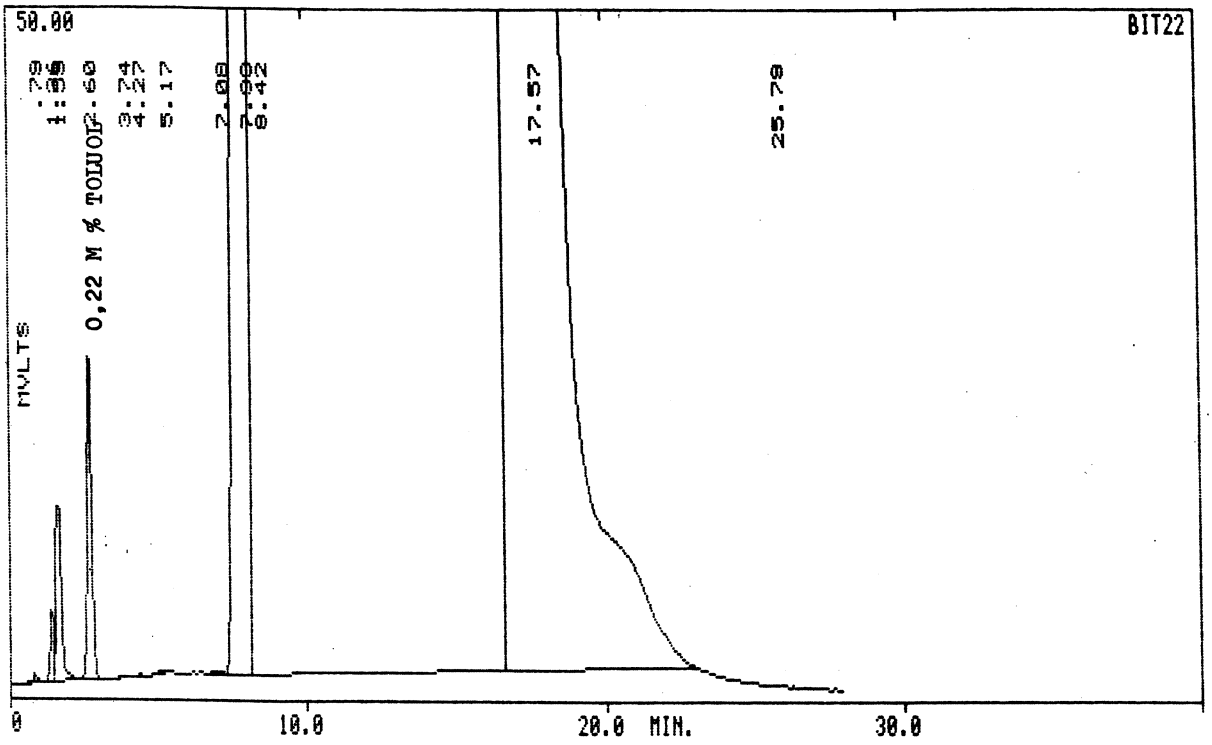
B 80/100 K 6



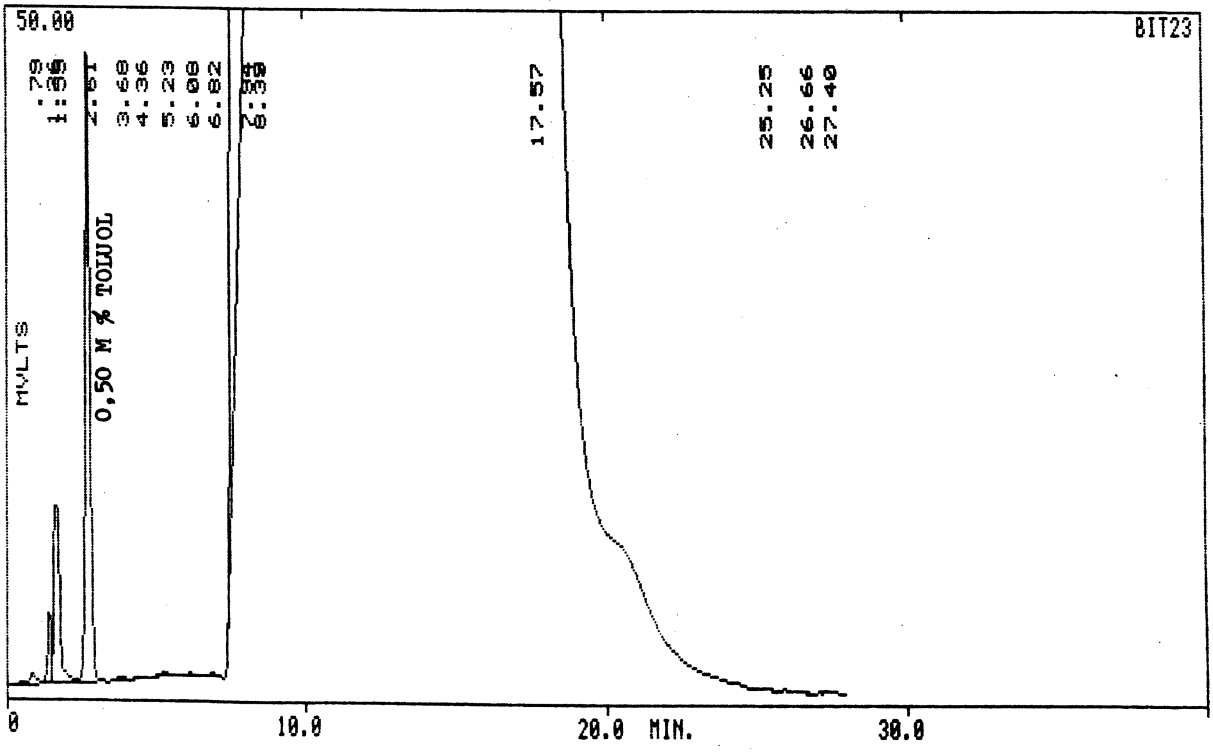
B 80/100 K 7

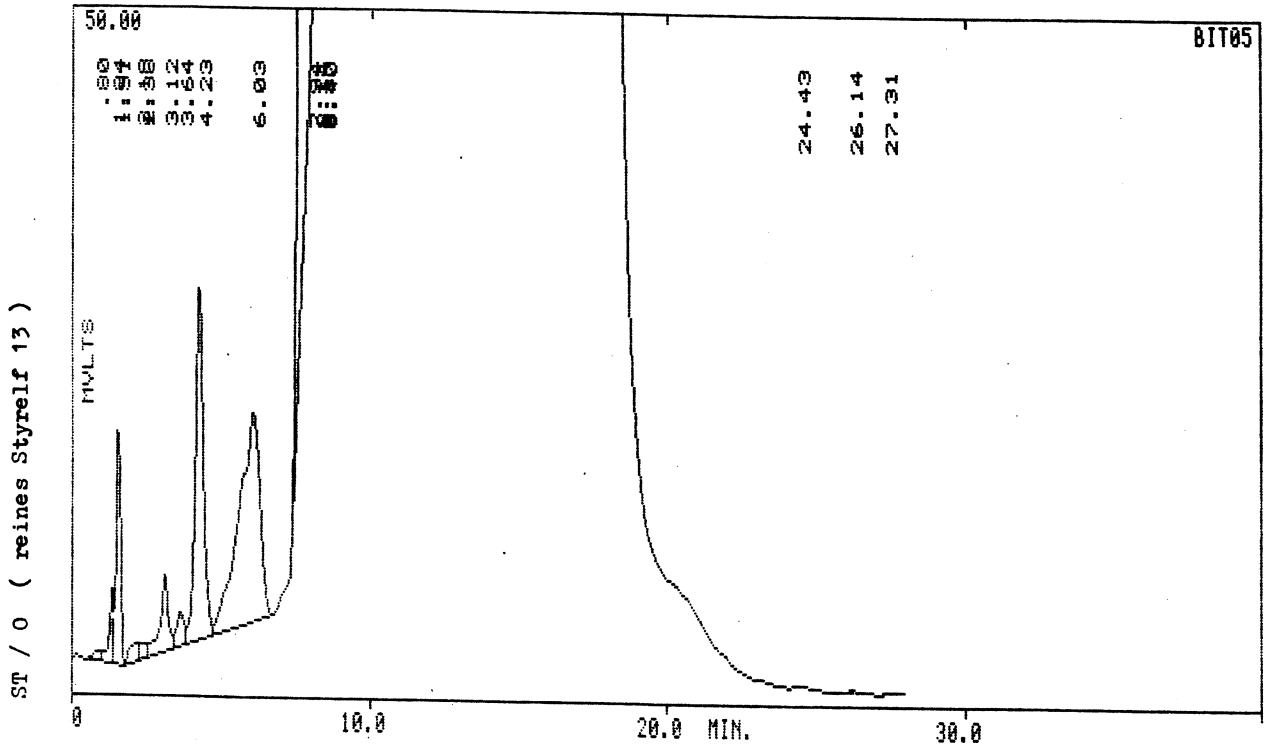


B 80/100 K 8

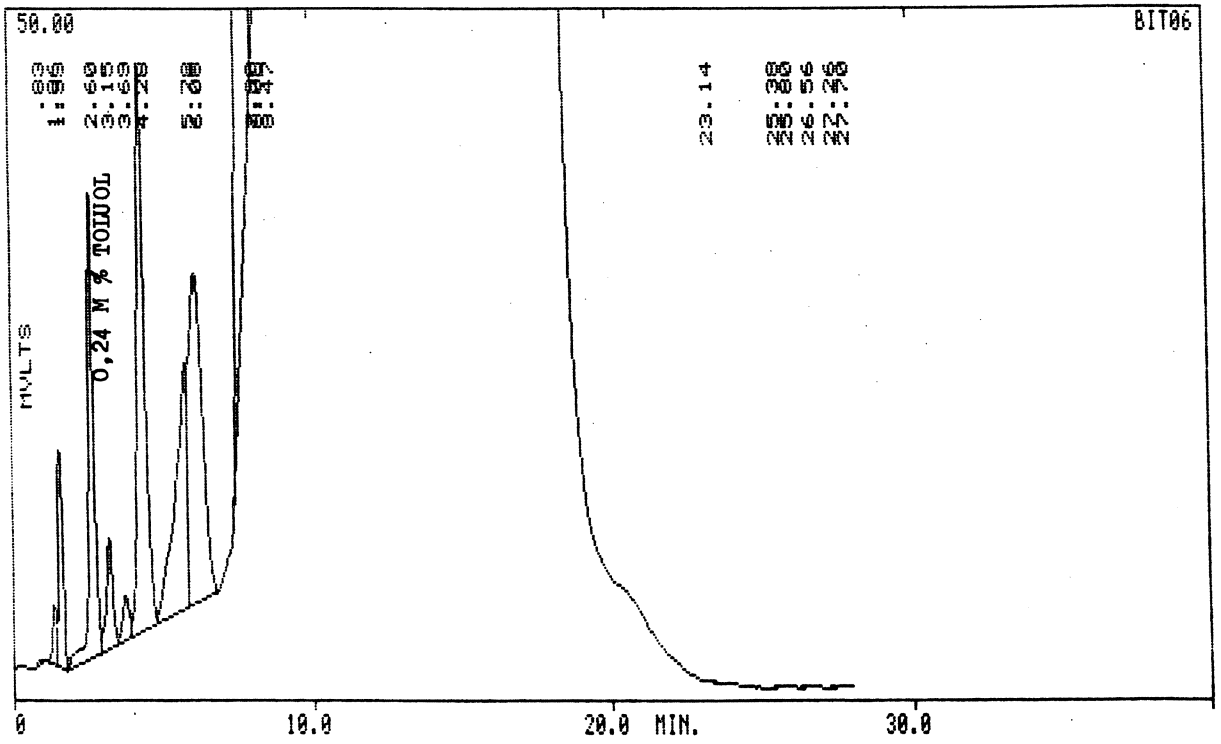


B 80/100 K 9

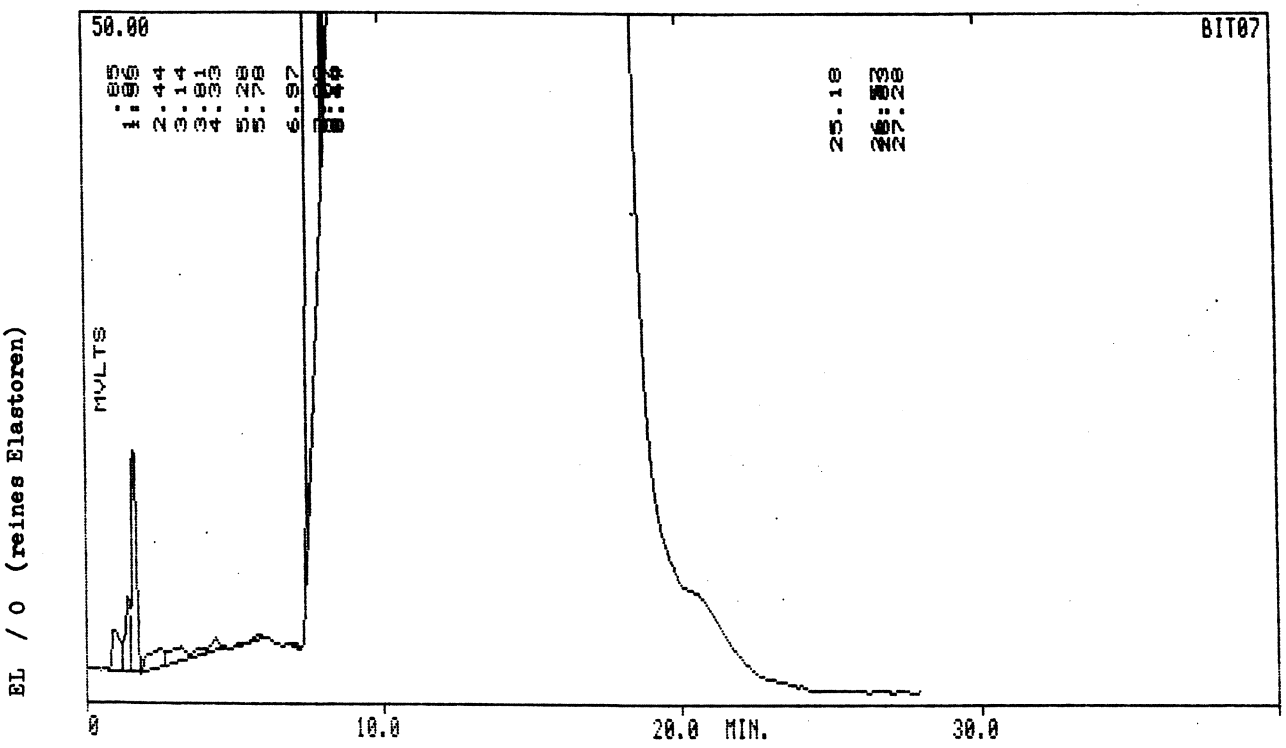


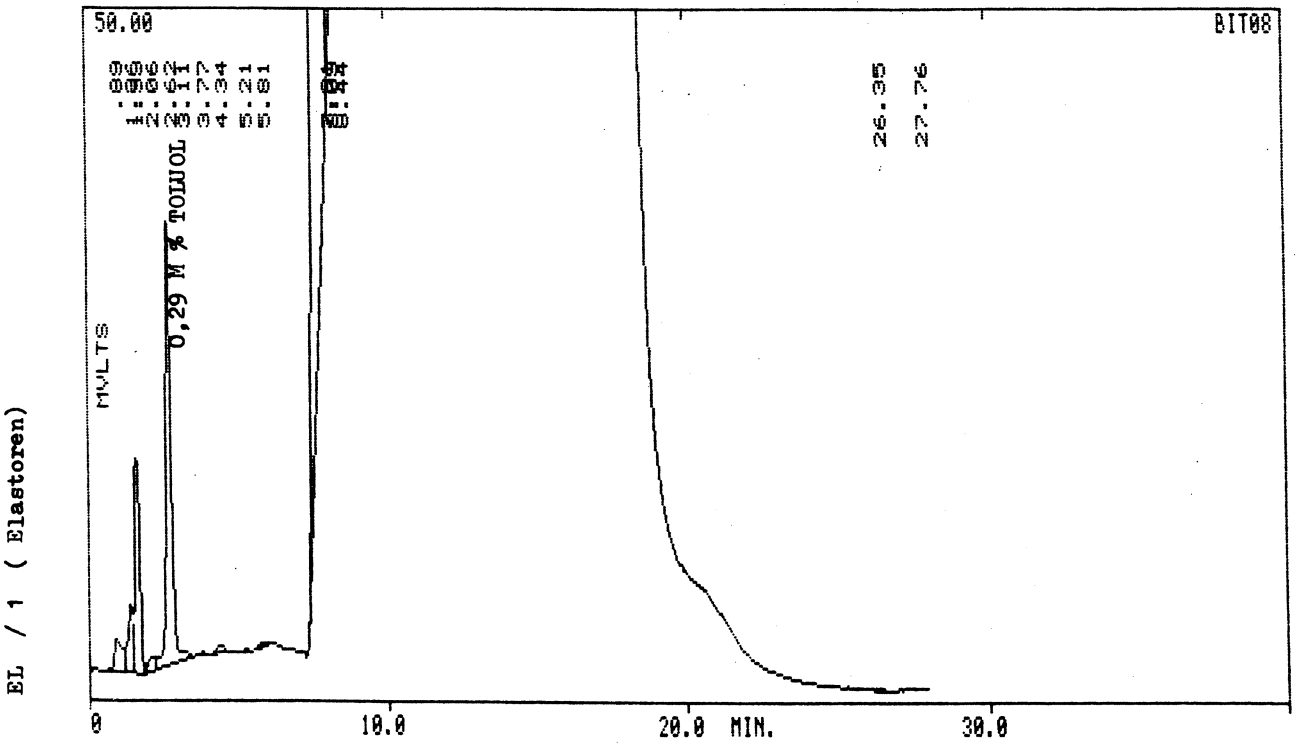


ST / 0 (reines Styrelf 13)

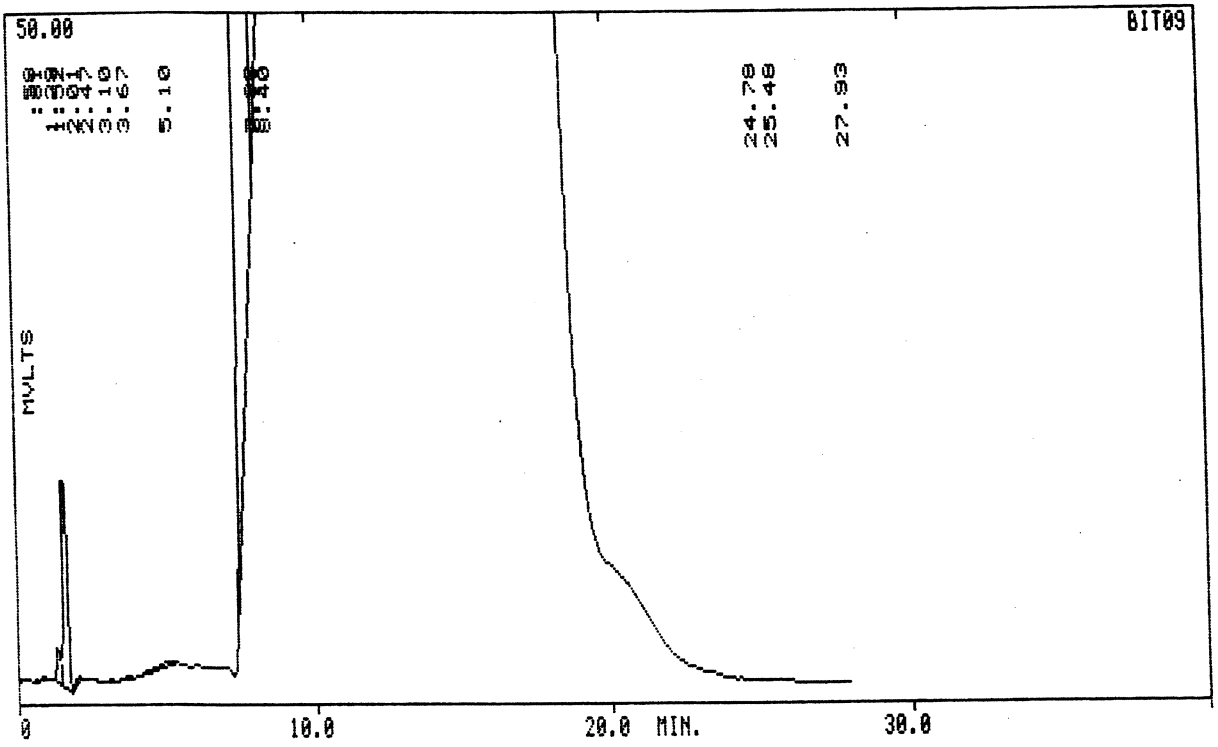


ST / 1 (Styrelf 13)

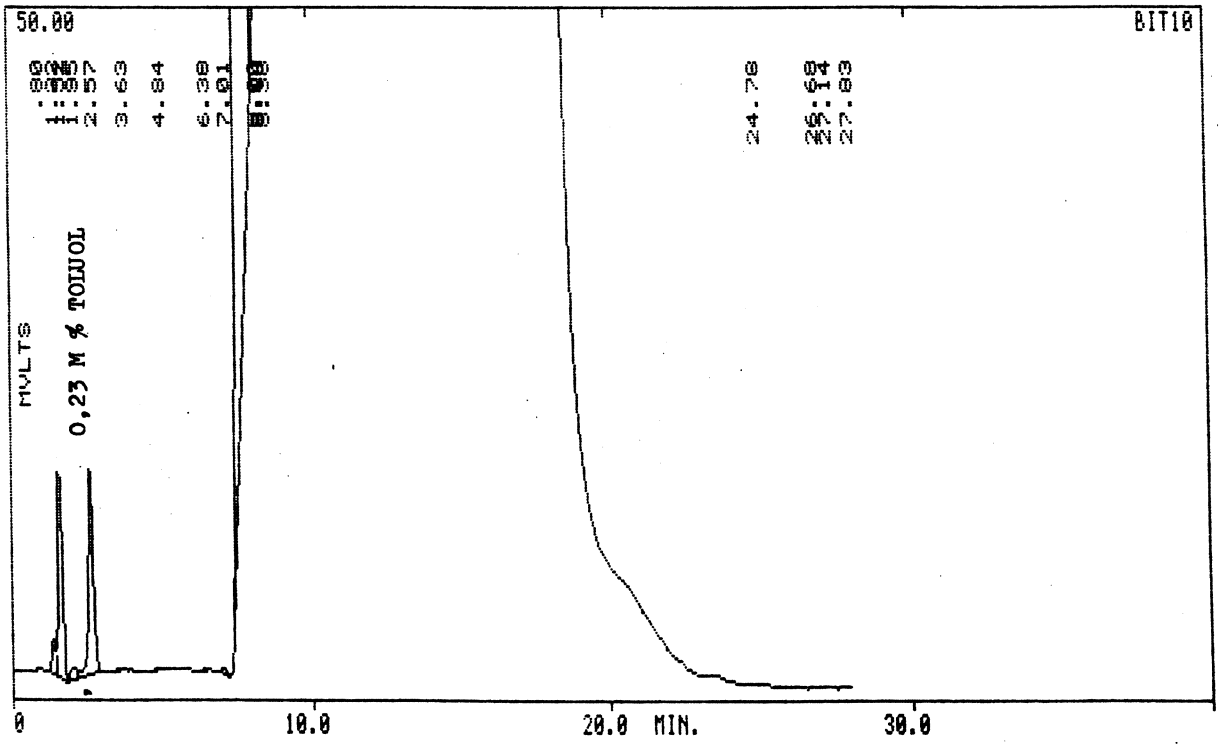

EL / 0 (reines Elastoren)
50.00
BIT07
MVLTS
25.18
0
10.0
20.0 MIN.
30.0

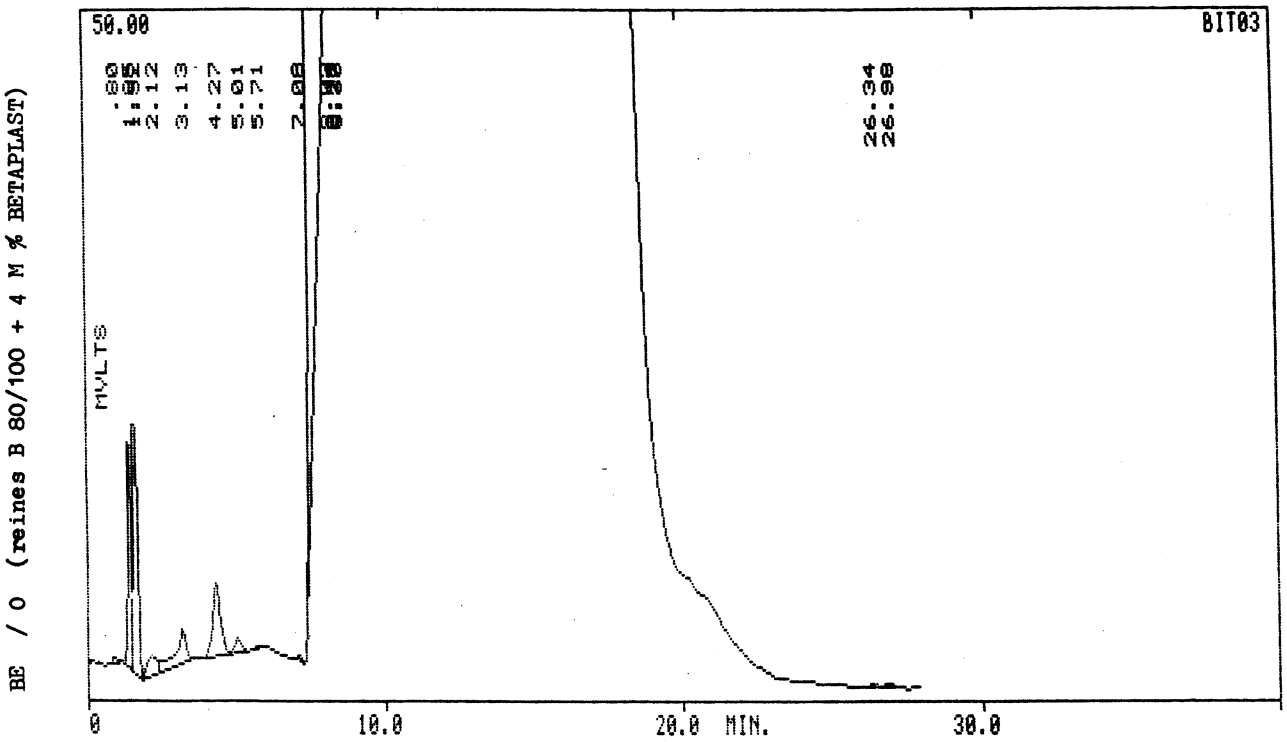

EL / 1 (Elastoren)
50.00
BIT08
MVLTS
0,29 M % TOLUOL
26.35
27.76
0
10.0
20.0 MIN.
30.0

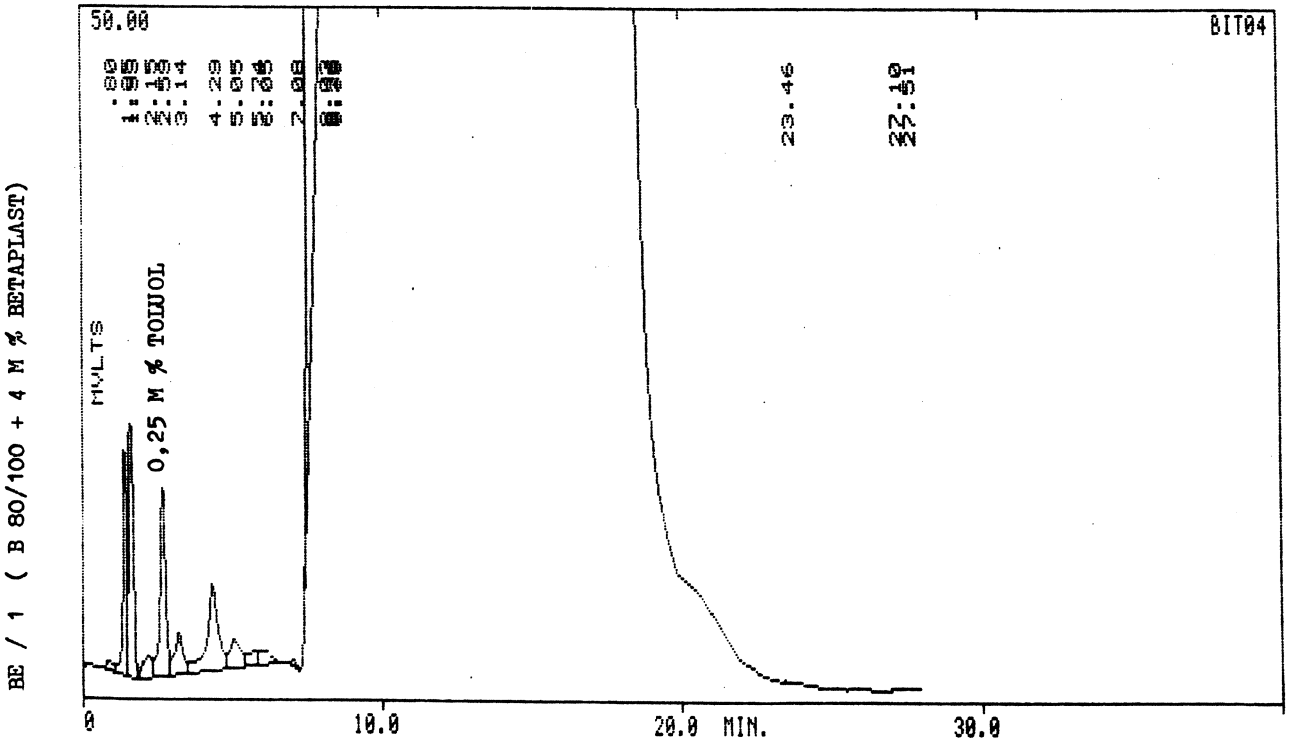
MI / 0 (reines MICOBIT)



MI / 1 (MICOBIT)




BE / 0 (reines B 80/100 + 4 M % BETAPLAST)
50.00
BIT03
MVLTS
26.34
26.98
0
10.0
20.0 MIN.
30.0


BE / 1 (B 80/100 + 4 M % BETAPLAST)
50.00
BIT04
MVLTS
0,25 M % TOLUOL
23.46
27.19
27.51
0
10.0
20.0 MIN.
30.0

Beispiele von Chromatogrammen "Gradientenprofil", "Test" mit Toluol und "Gemisch" mit Benzol, Toluol und Xylol sowie von Bitumenproben mit zunehmenden Mengen an Toluol sind auf den Seiten 35 - 45 abgebildet.

Diese Analysenvorschrift ist auch für die quantitative Bestimmung von Lösungsmittelresten in polymermodifizierten Bitumen PMB geeignet und ermöglicht bei Verwendung geeigneter Fliessmittel die quantitative Bestimmung der Polymeranteile in den polymermodifizierten Bitumen PMB.
Abbildungen ST, EL, MI, BE, Seite 42 - 45.

4.4.4.3. Erläuterungen zu den verwendeten Fliessmitteln beim obigen Trennsystem

In der zu untersuchenden Mischung Bitumen/Toluol interessiert grundsätzlich nur der Anteil an der früh eluirenden Komponente Toluol. Die Anreicherung der später eluirenden Komponente (Bitumen) auf der Trennsäule muss verhindert werden. Dies erfolgt in jedem Analysenzyklus durch ausspülen des Bitumens mit einem geeigneten Lösungsmittel wie Tetrahydrofuran (Bitumen ist in Tetrahydrofuran völlig löslich'). Da es sich dabei nur um eine Verkürzung der Analysenzeit und die Reinigung der Trennsäule handelt, wird als Lösungsmittelsystem ein sog. Stufengradient (Wechsel von einem Lösemittel zum anderen ohne Uebergang, im vorliegendem Fall Wechsel H_2O / MeOH 1/3 $\longrightarrow$ Tetrahydrofuran) verwendet.

Zum verwendeten Packungsmaterial Li-Chrosorb RP 18 (Merck)

Das verwendete Trennsystem lässt sich ins Teilgebiet der Verteilungs-Chromatographie (LLC = Trennung durch flüssig-flüssig-Verteilung) einordnen, bei welcher die Packungsmaterialen mit völlig unpolaren hydrophoben Eigenschaften in den letzten Jahren grosse Bedeutung erlangt haben.

Bei Verwendung solcher Packungsmaterialen und polaren Elutionsmitteln (z.B. Methanol und Wasser) wird die normale Elutionsreihenfolge umgekehrt, d.h. unpolare Komponenten werden stärker zurückgehalten als polare. Daher werden solche Trennsysteme als "umgekehrtes Phasensystem" = "Reversed Phase System" bezeichnet.

Ein Beispiel für die Leistungsfähigkeit eines "reversed phase" - Systems ist in Abbildung Seite 36, Flüssigchromatogramm BIT 31, enthalten, wobei als Testgemisch eine Mischung bestehend aus Benzol/Toluol/Xylol und Bitumen verwendet wurde.

Bezugnehmend auf die Elutionskraft E° der in Frage kommenden Lösemittel

BENZOL	E° (Al_2O_3)	=	0.32
TOLUOL	E° (Al_2O_3)	=	0.29
XYLOLE	E° (Al_2O_3)	=	0.26

steht die festgestellte Reihenfolge bei der Elution (Benzol → Toluol → Xylole) im Einklang mit der Theorie des "reversend phase" - Systems.

Bei dem hierbei verwendeten Packungsmaterial handelt es sich, um einen Kieselgel-Typ, der mit n-C_{18}Alkylchlorsilanen belegt wurde (RP 18 Merck). Diese chemisch modifizierte stationäre Phase ist nicht mehr hydrophyl, sie kann von Wasser nicht benetzt werden.

Im Gegenteil zu den "klassischen" Adsorptionssystemen der Chromatographie (heute vielfach als "normale Phasen" bezeichnet) ist hier die stationäre Phase unpolar. Die ausgewählte mobile Phase ist hingegen, innerhalb des 2-stufigen Lösungsmittelgradients, sehr polar (wässeriges System mit festem Anteil an Methanol von 75 % = Fliessmittel A und Tetrahydrofuran = Fliesmittel B).

Zum Mechanismus der Verteilung

Vor dem Beginn des Analysenzyklus kommt die stationäre feste Phase (Li-Chosorb) mit der polaren mobilen Phase (MeOH / H_2O) in Berührung. Dabei reichert sich die weniger polare organische Komponente der mobilen Phase (= Methanol) in der chemisch fixierten Kohlenwasserstoff-Schicht an. Die stationäre Phase wird also ein Gemisch der Kohlenwasserstoff-Ketten mit Methanol aus dem Elementen; die flüssige stationäre Phase ist hierbei in einer dünnen Schicht (Film) von Methanol-Molekülen auf der gesamten Oberfläche der Säulenpackung aufgebracht.

Der zeitliche Ablauf des Analysenzyklus lässt sich wie folgt schildern:

ZEITSPANNE :	$0 < t < 5$ Min. :	Probeaufnahme, isokratische Anfangsphase mit 100 % Fliessmittel A

Die Probenmoleküle verteilen sich zwischen der methanolhaltigen Wasser-Phase und der mit Methanol angereicherten, wasserarmen Kohlenwasserstoff-Phase. Der Mechanismus der Verteilung und der damit zusammenhängenden Trennung der Toluol-Moleküle wird am ehesten durch die Vorstellung von Horvath* wiedergegeben.

* C. Horvath, W. Melander, J. Molnar, Chromatogr. 125, 129 (1976)

Dabei wird der Energiegewinn der Toluol-Moleküle beim Uebergang von der wässerigen in die organische Phase auf die Verringerung der Oberflächenenergie zurückgeführt und nicht auf eine spezifische Wechselwirkung zwischen Toluol und der stationäre Phase, wie dies bei der Adsorption-Chromatographie (= LSC = Liquid-Solid-Chromatographie) der Fall ist.

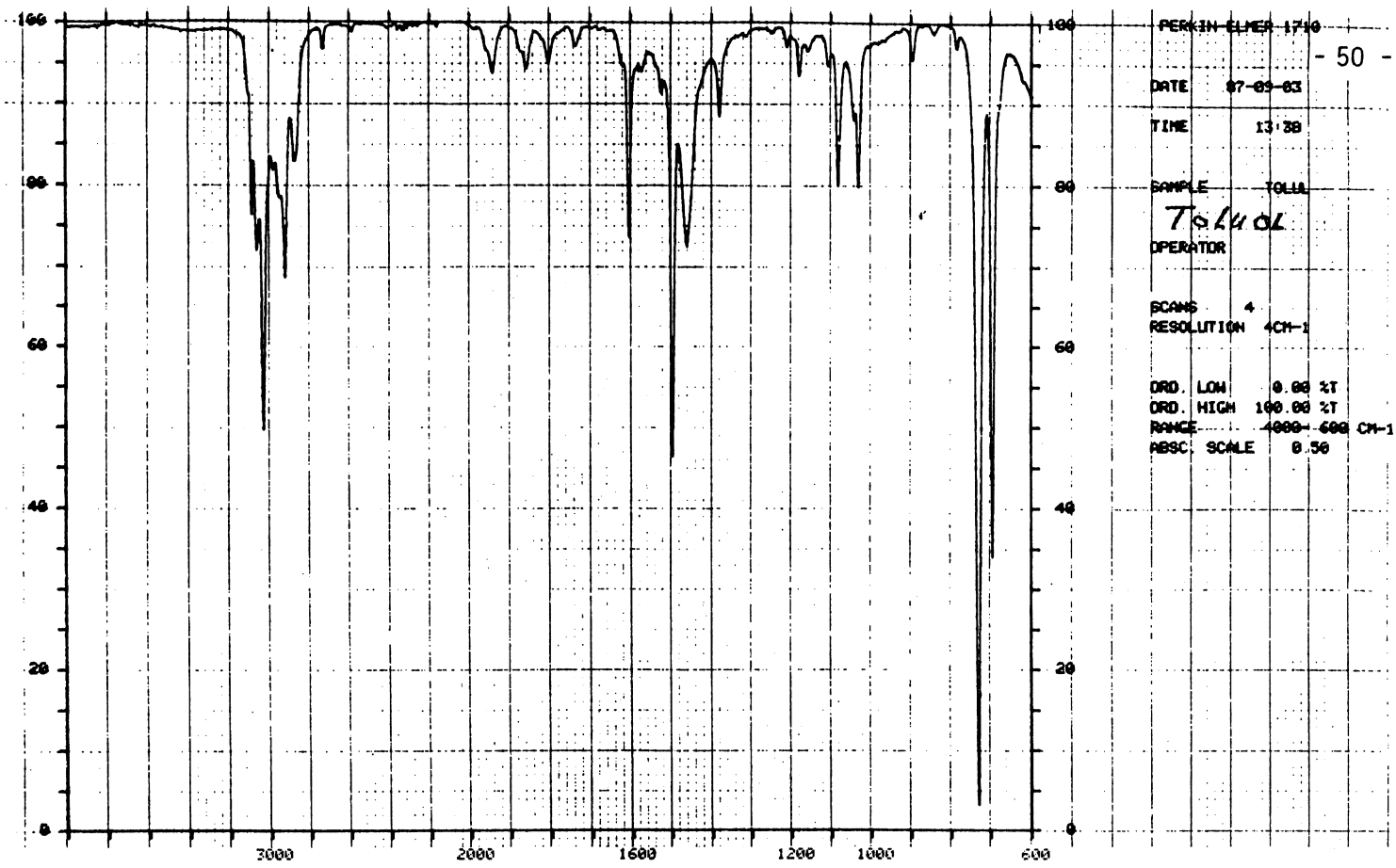
Nach ca. 2.60 Min. erfolgt die Detektion der Komponente Toluol, nach Ausspülen aus dem Trennsystem.

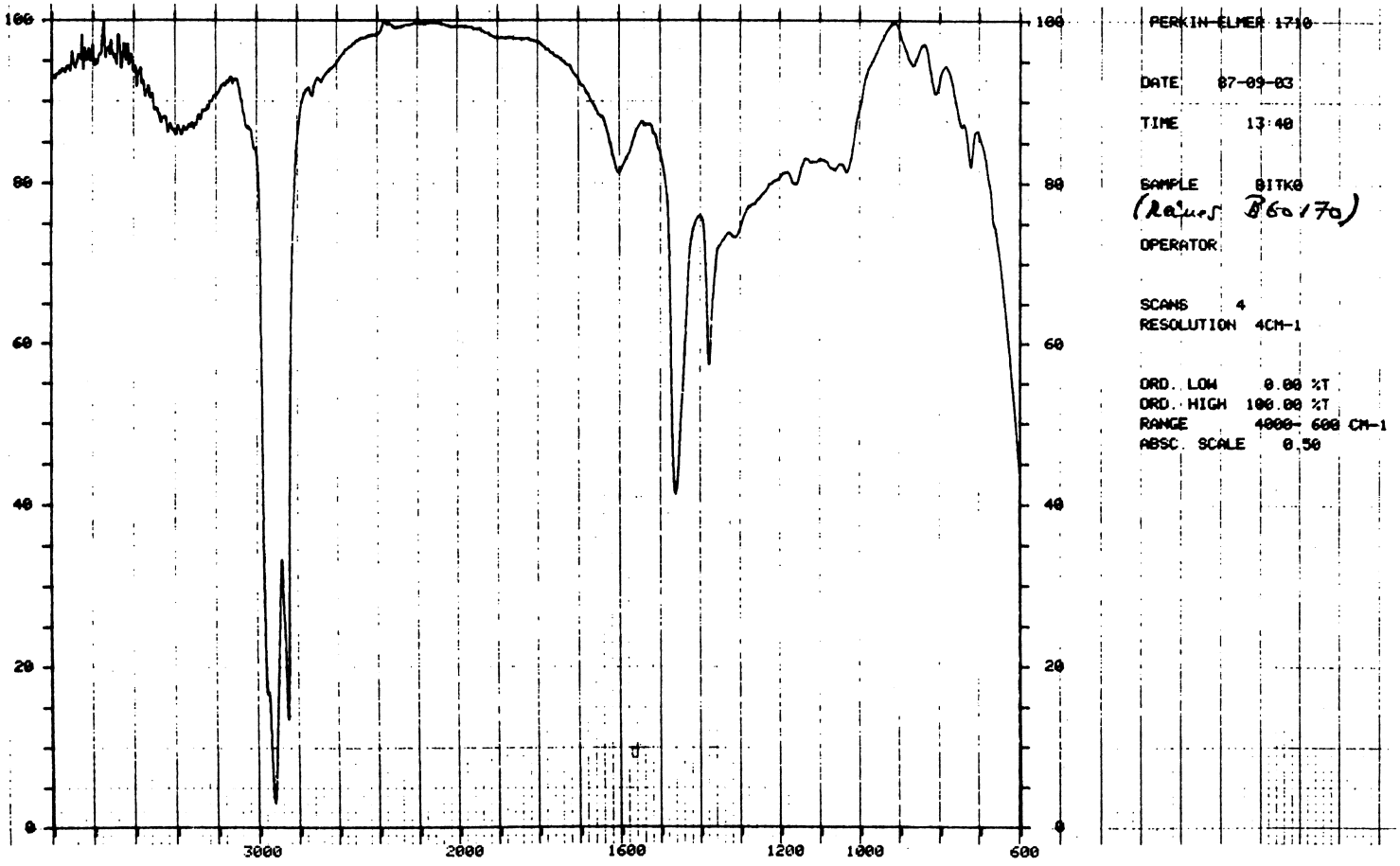
ZEITSPANNE : 5.1 < t < 15 Min.	:	Gradientenphase (=Stufengradient) Reinigung der Trennsäule mittels Fliessmittel B (100 % Tetrahydrofuran)

Das vollständige Ausspülen der Bitumenkomponente erfolgt in der relativ kurzen Zeit von rund 20 Minuten.

ZEITSPANNE : 15.1 < t < 27 Min.	:	Rekonditionierungsphase mittels Fliessmittel A

Bei den Gradientenelutions-Methoden besteht die Bedingung, dass sich das System ohne grossen Aufwand in den Ausgangszustand zurückführen lässt. Diese Bedingung kann nur bei stabilen stationären Phasen (= chemisch modifizierten stationären Phasen) erfüllt werden, bei denen sich wieder ein Gleichgewichtszustand mit der ursprünglichen mobilen Phase (= Fliessmittel A) einstellt.


PERKIN-ELMER 1710
DATE 87-09-03
TIME 13:38
SAMPLE TOLUL
Toluol
OPERATOR
SCANS 4
RESOLUTION 4CM-1
ORD. LOW 0.00 %T
ORD. HIGH 100.00 %T
RANGE 4000- 600 CM-1
ABSC. SCALE 0.50
100
80
60
40
20
0
3000
2000
1600
1200
1000
600


PERKIN-ELMER 1710
DATE 87-09-03
TIME 13:40
SAMPLE BITKO
(Rajus B60170)
OPERATOR
SCANS 4
RESOLUTION 4CM-1
ORD. LOW 0.00 %T
ORD. HIGH 100.00 %T
RANGE 4000- 600 CM-1
ABSC. SCALE 0.50
100
80
60
40
20
0
3000
2000
1600
1200
1000
600

Raimus B 60/70

X: 3401 4000- 600 1.00 3.17 100.00 T F S2 AC 4 BITK0

REF. VALUES : 4000 93.1 2000 99.2

3886.	94.2	3846.	93.9	3832.	95.0	3812.	94.9	3790.	94.4
3739.	95.3	3686.	94.5	3660.	94.0	3636.	95.1	3623.	94.5
3583.	91.8	3543.	90.6	3433.	86.2	3392.	86.0	3368.	85.9
2923.	3.2	2853.	13.5	2724.	90.7	1601.	81.3	1461.	41.5
1377.	57.4	1158.	79.9	1032.	81.4	866.	94.5	809.	91.0
721.	82.2								

END 26 PEAKS FOUND

B 60/70 + 0,5 M.% Toluol

Y: 3401 4000- 600 1.00 3.17 100.00 T F S2 AC 4 BITK4

REF. VALUES : 4000 97.7 2000 99.9

3846.	98.2	3660.	98.3	3307.	93.3	2924.	3.2	2853.	14.7
2727.	93.8	1601.	87.0	1461.	45.7	1377.	66.0	1032.	90.6
866.	94.0	812.	91.8	747.	91.4	724.	89.9		

END 14 PEAKS FOUND

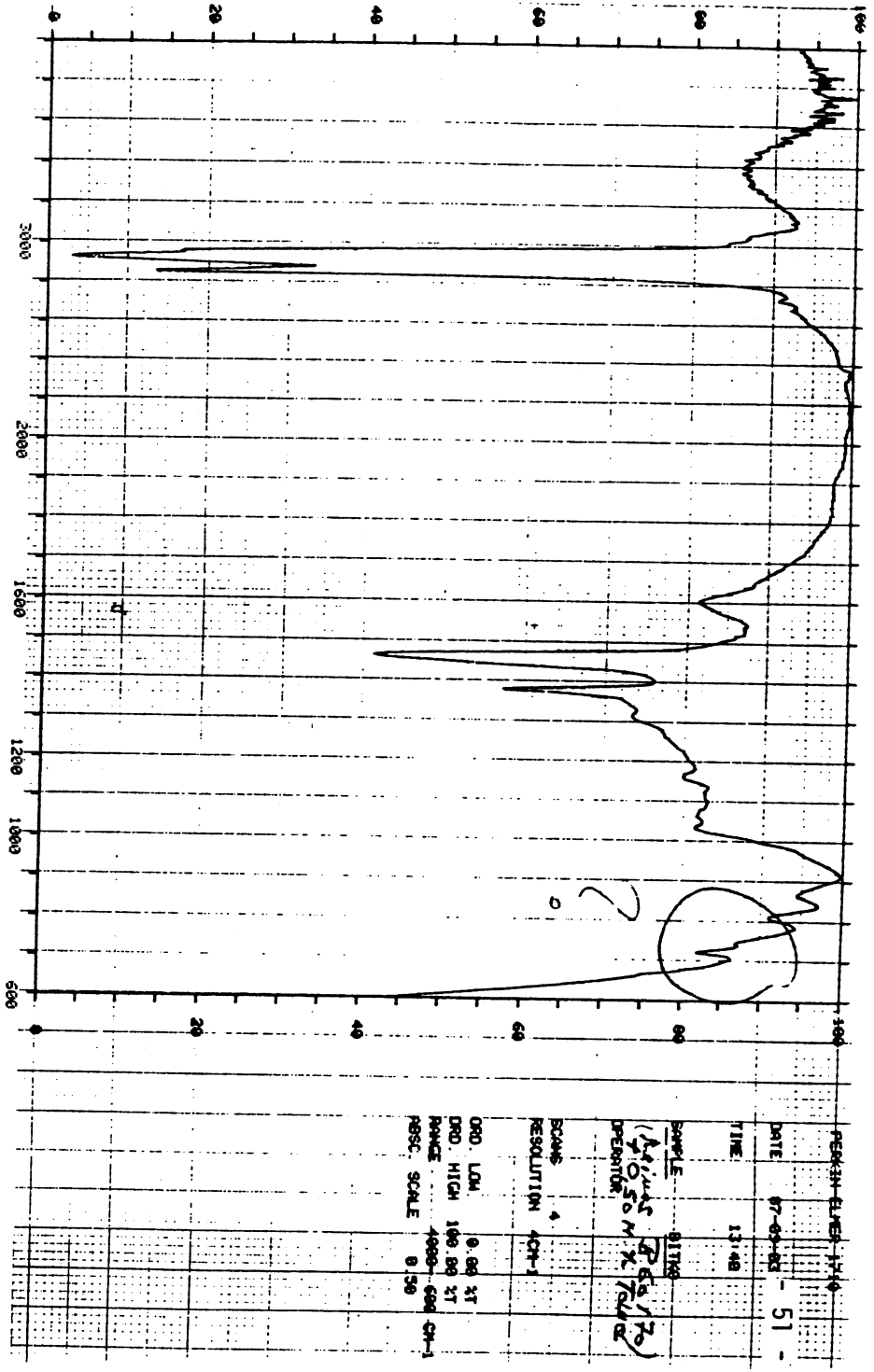
Toluol

Z: 3401 4000- 600 1.00 3.35 100.00 T F S2 AC 4 TOLUL

REF. VALUES : 4000 99.2 2000 99.6

3086.	76.2	3062.	71.9	3027.	49.6	2920.	68.6	2872.	82.8
2734.	96.5	1943.	93.8	1858.	94.3	1803.	95.0	1736.	97.2
1605.	73.8	1524.	91.3	1495.	46.6	1461.	72.6	1380.	88.5
1210.	97.0	1179.	93.5	1106.	94.7	1082.	80.2	1031.	79.9
896.	95.4	843.	98.8	785.	97.0	729.	3.4	695.	34.0

END 25 PEAKS FOUND



4.4.3.4. Weitere Methoden zur Erfassung von Restlösungsmittel Toluol in Bitumenproben

Infrarotspektroskopie und Gaschromatographie sind analytische Methoden zur messtechnischen Erfassung von Toluol in Mehrkomponentensystemen. Die Infrarotspektroskopie IR ist zum quantitativen Nachweis von Toluol-Spuren in Bitumenproben nicht geeignet, da zu niedrige Lösungsmittelkonzentrationen vorliegen und die repräsentative Probenzubereitung in Küvetten durch die Verdunstung von Toluol aus den Bitumenfilmen auf NaCl erschwert wird.

In den Abbildungen Seite 50 - 51 sind Beispiele von IR-Spektren von einem reinen Bitu- men B 60/70, von einer mit 0.50 Masse-% Toluol versetzten Bitumenprobe B 60/70 sowie von Toluol enthalten.

Die Gaschromatographie GC ist nur bedingt zur Analyse von bitumenhaltigen Mischungen geeignet. Einerseits besteht die Gefahr der Verschmutzung der Trennsäulen durch nicht flüchtige oder schwer flüchtige Anteile des Bitumens, anderseits sind thermisch bedingte Umwandlungen des Probenmaterials nicht auszuschliessen.

4.5. Bedeutung des quantitativen Nachweises von Restlösungsmittel Toluol in Bitumenproben

Als optimal ist derjenige Zustand zu bezeichnen, in welchem das nach Aufarbeitung in Toluol rückgewonnene Bindemittel, weder durch Lösungsmittelreste erweichend beeinflusst wird, noch durch Abdestillieren von leichflüchtigen Verbindungen verhärtet wird. Mit geeigneten analytischen Methoden (HPLC) lässt sich der angestrebte optimale Zustand charakterisieren.

Dabei ist der Einfluss unterschiedlicher Konzentrationen von Toluol in Bitumen auf die Viskositätskennwerte von Bitumen zu berücksichtigen.

Den Abbildungen 1-8 ist zu entnehmen, dass der Einfluss von Restlösungsmittel Toluol auf die Endviskosität des rückgewonnenen Bindemittels bei Konzentrationen > 0.10 Masse-% deutlich feststellbar ist.

Dieser Sachverhalt stimmt mit dem im RILEM-Verfahren festgelegten Grenzwert von 0.1 Masse-% gut überein.

In der Praxis hat dies zur Folge, dass je nach den gestellten Anforderungen an die Zuverlässigkeit und zweckgebundener Wichtigkeit der Untersuchungen am rückgewonnenen Bindemittel, zwischen den beiden untenstehenden Grenzfällen zu unterscheiden ist (siehe Tab. 3).

4.6. Wahl der Lösungsmittel

Mit der zunehmenden Verwendung von polymermodifizierten Bitumen PMB im Strassenbau stellt sich die Frage, ob die gebräuchlichen Lösemittel, wie Toluol, Methylenchlorid, Trichloraethen, 1.1.1-Trichloraethan, den Kunststoffanteil im PMB vollständig oder nur teilweise aufzulösen vermögen. Zur Klärung dieser Frage wurde die Bestimmung des "Löslichen" von einigen ausgewählten PMB und Kunststoffzusätzen in verschiedenen Lösemitteln, analog dem normierten Verfahren SN 671 749a, "Bestimmung des Löslichen in Tetrachlorkohlenstoff", durchgeführt (vgl. Tabelle 4).

Abb. 1

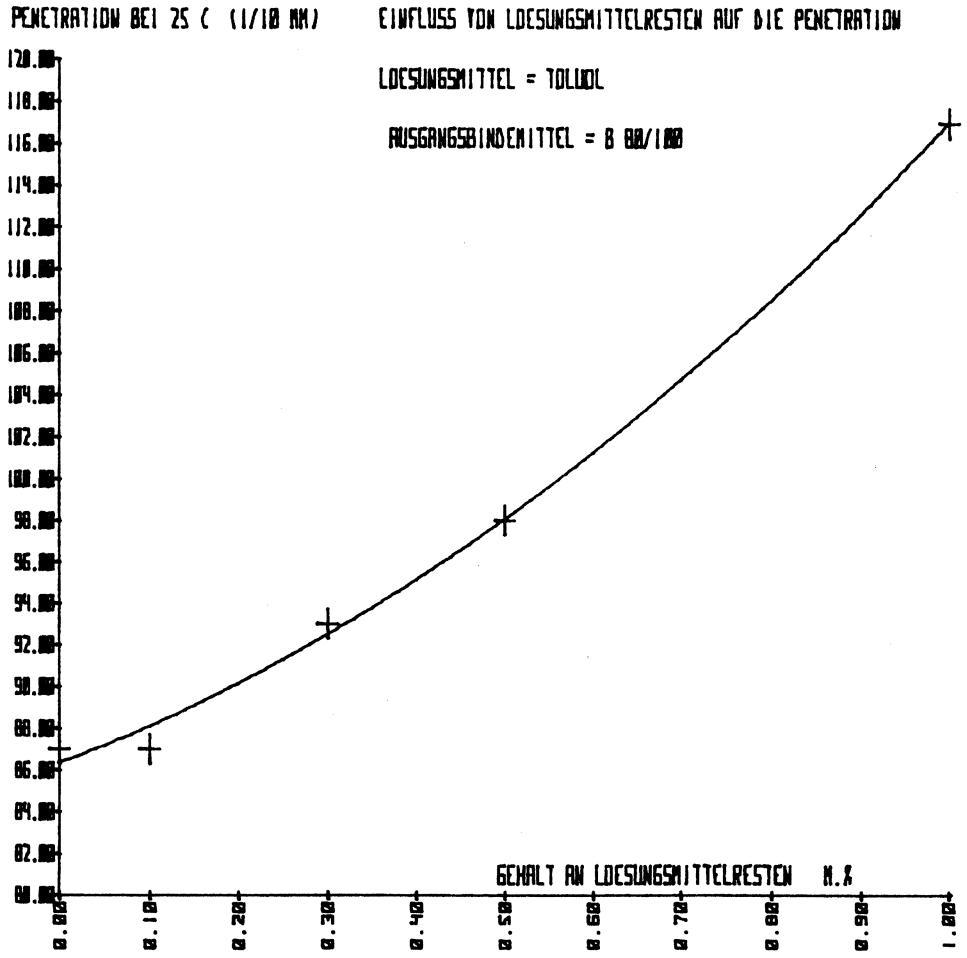
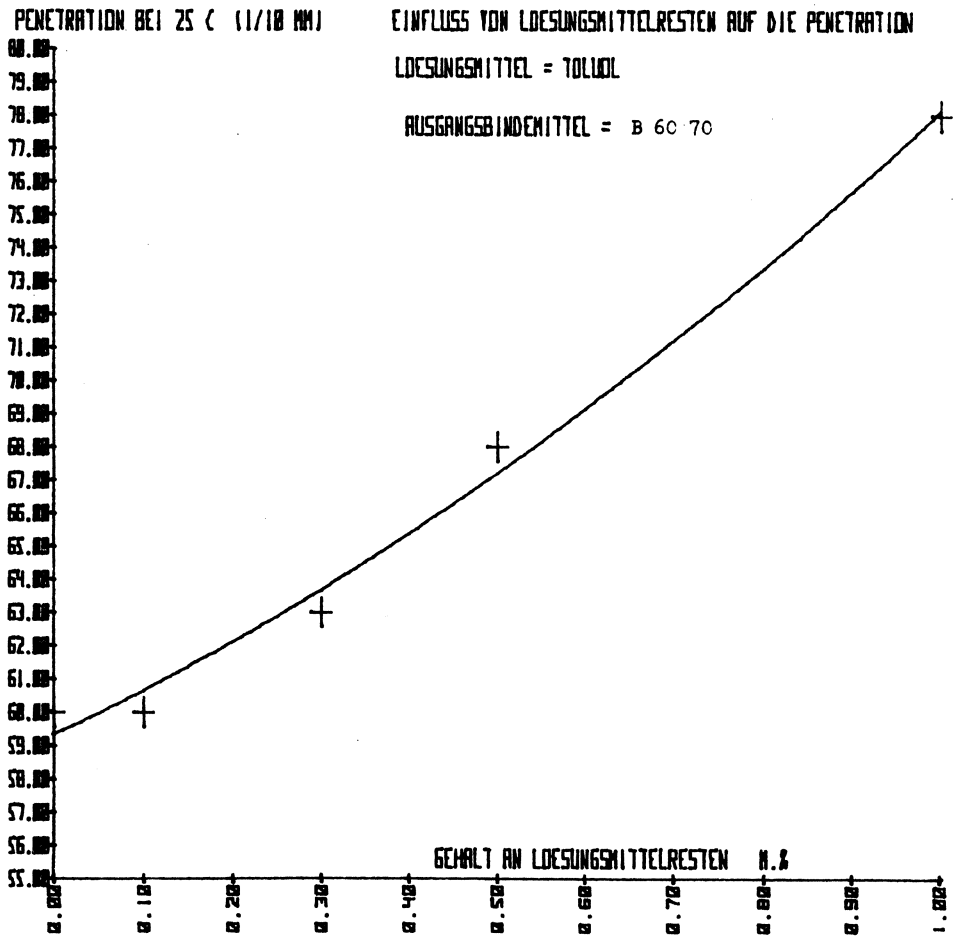
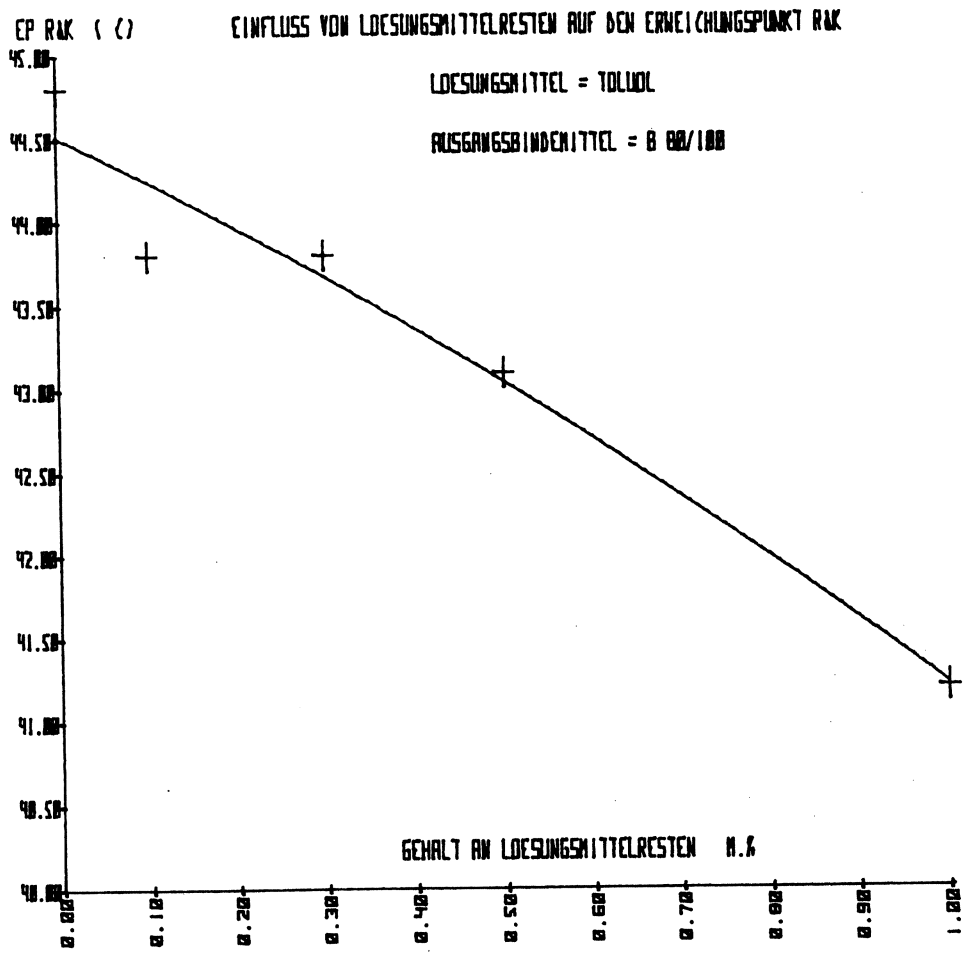

PENETRATION BEI 25 C (1/10 MM)
EINFLUSS VON LOESUNGSMITTELRESTEN AUF DIE PENETRATION
LOESUNGSMITTEL = TOLUOL
AUSGANGSBINDEMITTEL = B 80/100
GEHALT AN LOESUNGSMITTELRESTEN M.%
120.00
118.00
116.00
114.00
112.00
110.00
108.00
106.00
104.00
102.00
100.00
98.00
96.00
94.00
92.00
90.00
88.00
86.00
84.00
82.00
80.00
0.00
0.10
0.20
0.30
0.40
0.50
0.60
0.70
0.80
0.90
1.00

Abb. 2


PENETRATION BEI 25 C (1/10 MM)
EINFLUSS VON LOESUNGSMITTELRESTEN AUF DIE PENETRATION
LOESUNGSMITTEL = TOLUOL
AUSGANGSBINDEMITTEL = B 60 70
GEHALT AN LOESUNGSMITTELRESTEN M.%
80.00
79.00
78.00
77.00
76.00
75.00
74.00
73.00
72.00
71.00
70.00
69.00
68.00
67.00
66.00
65.00
64.00
63.00
62.00
61.00
60.00
59.00
58.00
57.00
56.00
55.00
0.00
0.10
0.20
0.30
0.40
0.50
0.60
0.70
0.80
0.90
1.00


EP RK (C)
EINFLUSS VON LOESUNGSMITTELRESTEN AUF DEN ERWEICHUNGSPUNKT RK
LOESUNGSMITTEL = TOLUOL
AUSGANGSBINDEMITTEL = B 80/100
45.00
44.50
44.00
43.50
43.00
42.50
42.00
41.50
41.00
40.50
40.00
GEHALT AN LOESUNGSMITTELRESTEN M.%
0.00
0.10
0.20
0.30
0.40
0.50
0.60
0.70
0.80
0.90
1.00

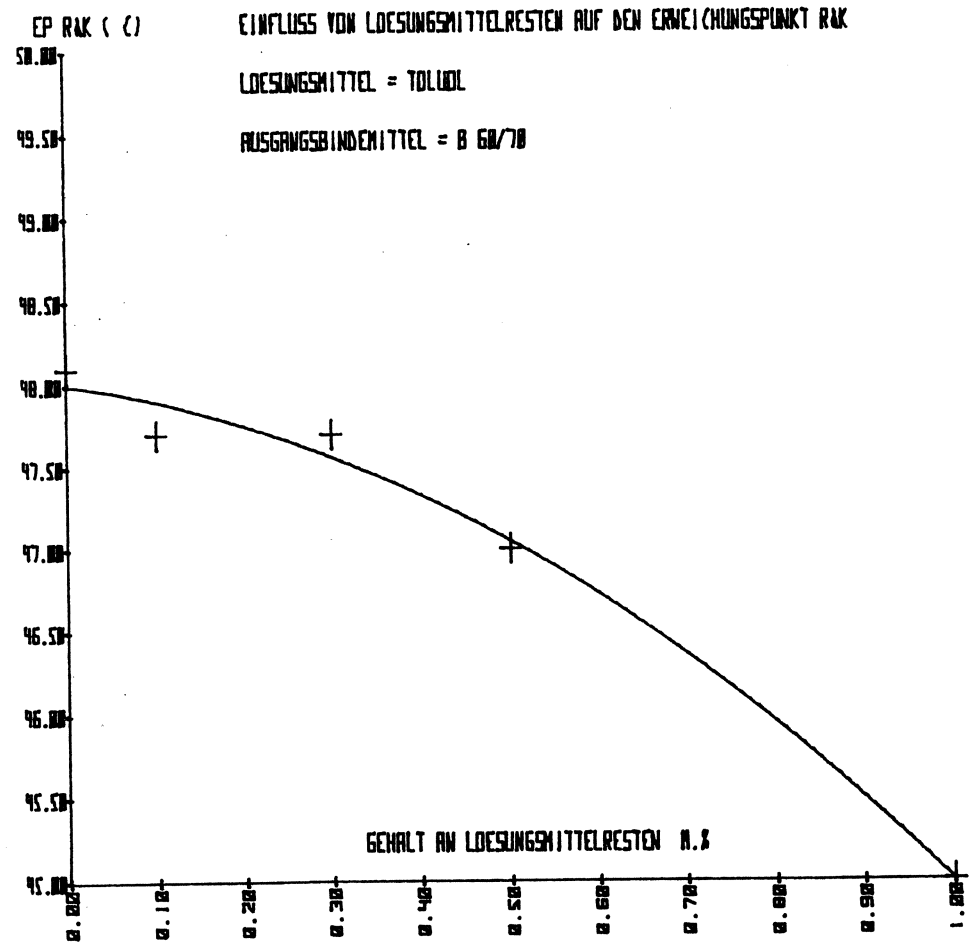

EP RK (C)
EINFLUSS VON LOESUNGSMITTELRESTEN AUF DEN ERWEICHUNGSPUNKT RK
LOESUNGSMITTEL = TOLUOL
AUSGANGSBINDEMITTEL = B 60/70
50.00
49.50
49.00
48.50
48.00
47.50
47.00
46.50
46.00
45.50
45.00
GEHALT AN LOESUNGSMITTELRESTEN M.%
0.00
0.10
0.20
0.30
0.40
0.50
0.60
0.70
0.80
0.90
1.00

Abb. 5

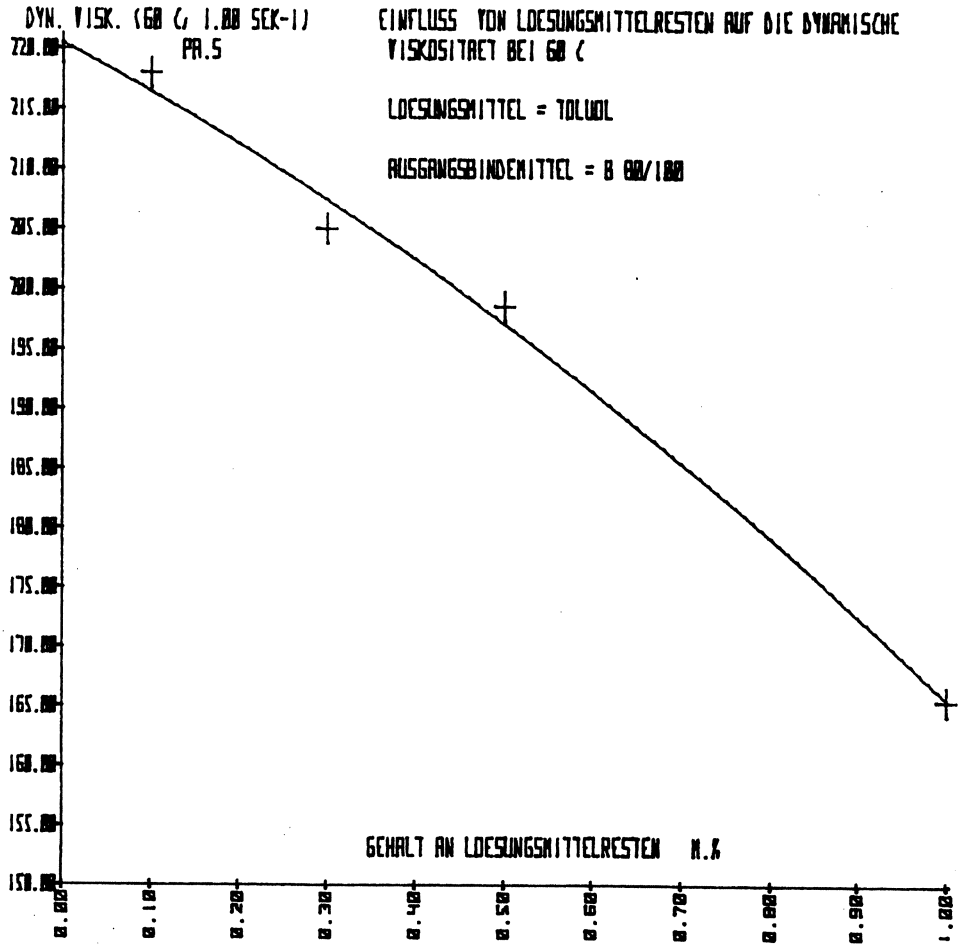

DYN. VISK. (60 C 1.00 SEK-1)
PA.5
EINFLUSS VON LOESUNGSMITTELRESTEN AUF DIE DYNAMISCHE
VISKOSITAET BEI 60 C
LOESUNGSMITTEL = TOLUOL
AUSGANGSBINDEMITTEL = B 80/100
GEHALT AN LOESUNGSMITTELRESTEN M.%
220.00
215.00
210.00
205.00
200.00
195.00
190.00
185.00
180.00
175.00
170.00
165.00
160.00
155.00
150.00
0.00
0.10
0.20
0.30
0.40
0.50
0.60
0.70
0.80
0.90
1.00

Abb. 6

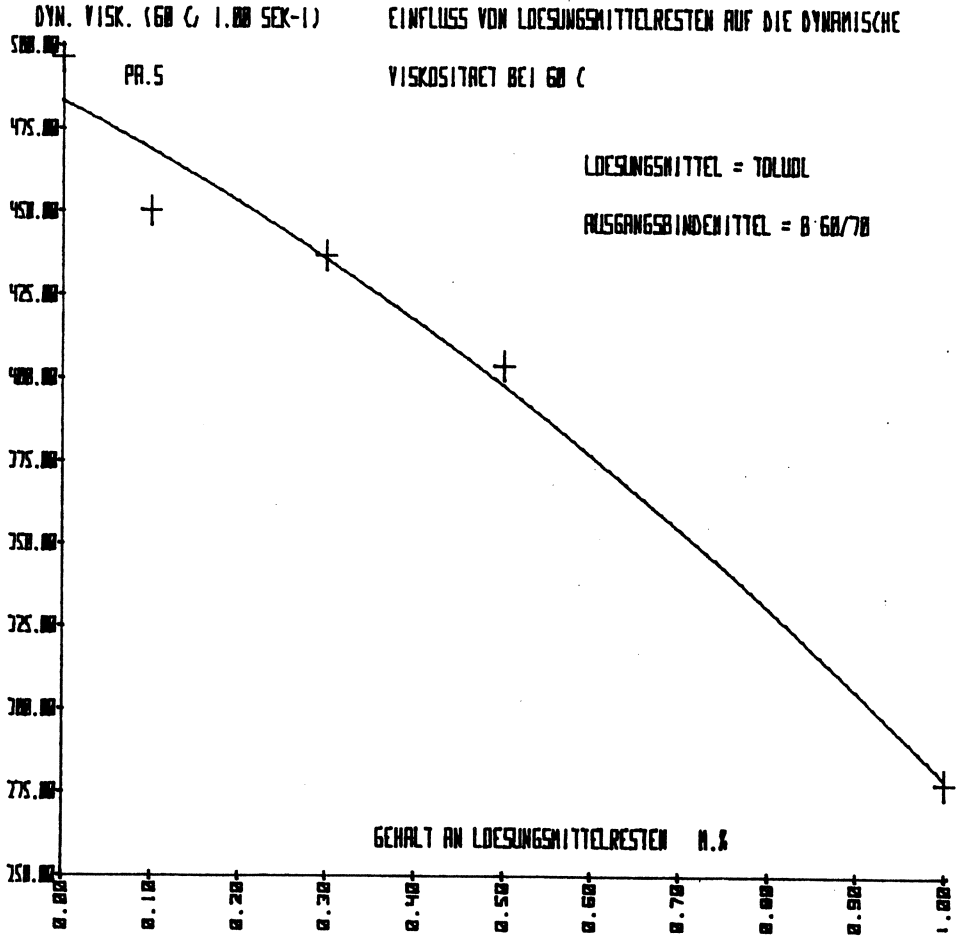

DYN. VISK. (60 C 1.00 SEK-1)
PA.5
EINFLUSS VON LOESUNGSMITTELRESTEN AUF DIE DYNAMISCHE
VISKOSITAET BEI 60 C
LOESUNGSMITTEL = TOLUOL
AUSGANGSBINDEMITTEL = B 60/70
GEHALT AN LOESUNGSMITTELRESTEN M.%
500.00
475.00
450.00
425.00
400.00
375.00
350.00
325.00
300.00
275.00
250.00
0.00
0.10
0.20
0.30
0.40
0.50
0.60
0.70
0.80
0.90
1.00

Abb. 7

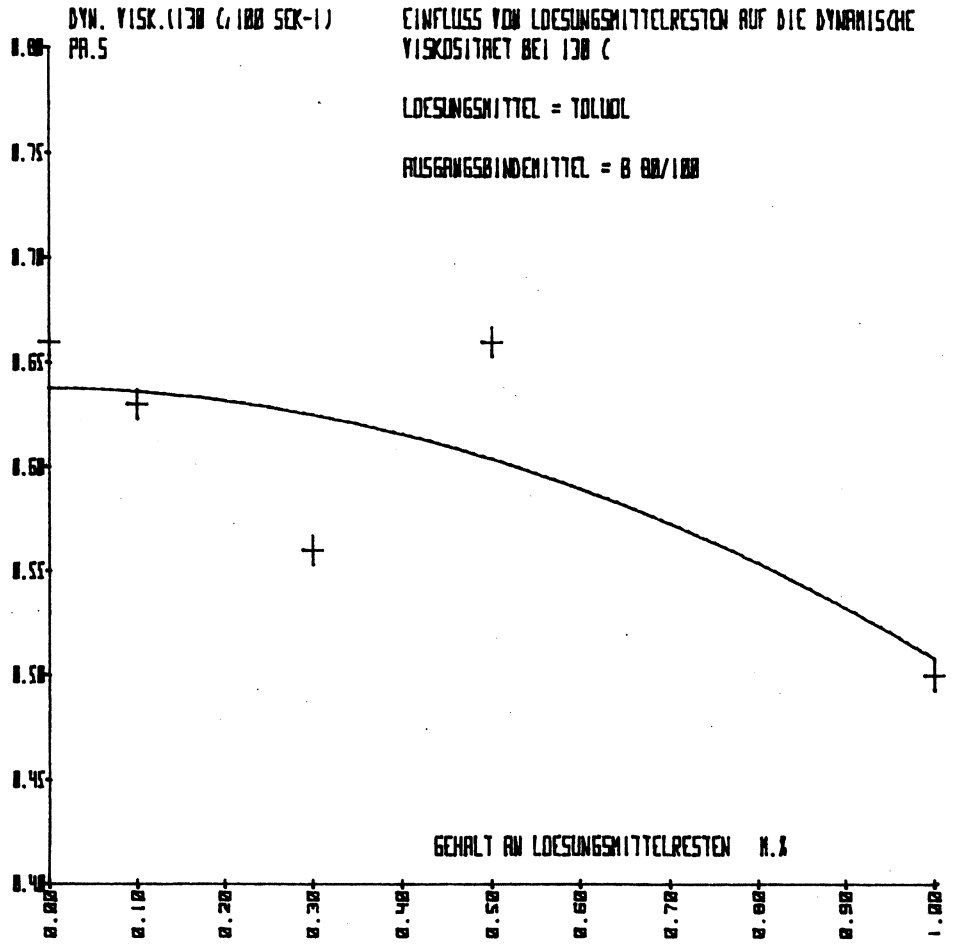

DYN. VISK.(130 C,100 SEK-1)
PA.S
EINFLUSS VON LOESUNGSMITTELRESTEN AUF DIE DYNAMISCHE VISKOSITAET BEI 130 C
LOESUNGSMITTEL = TOLUOL
AUSGANGSBINDEMITTEL = B 80/100
0.80
0.75
0.70
0.65
0.60
0.55
0.50
0.45
0.40
GEHALT AN LOESUNGSMITTELRESTEN M.%
0.00
0.10
0.20
0.30
0.40
0.50
0.60
0.70
0.80
0.90
1.00

Abb. 8

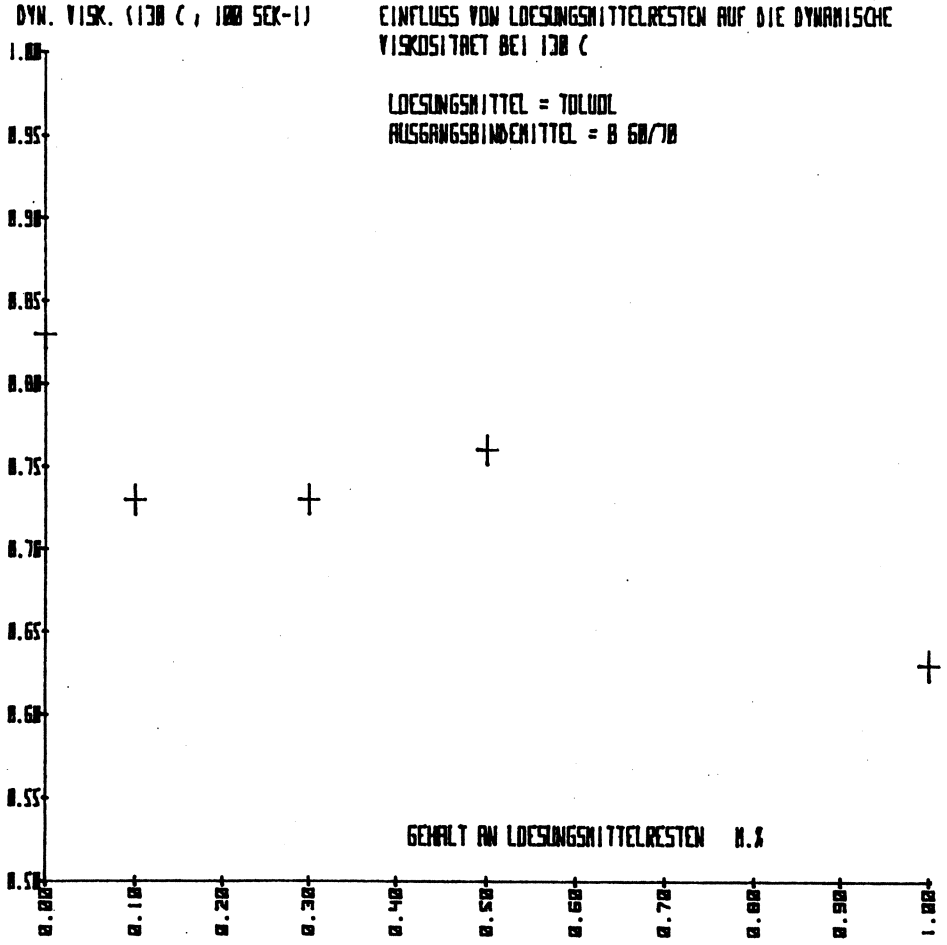

DYN. VISK. (130 C , 100 SEK-1)
EINFLUSS VON LOESUNGSMITTELRESTEN AUF DIE DYNAMISCHE VISKOSITAET BEI 130 C
LOESUNGSMITTEL = TOLUOL
AUSGANGSBINDEMITTEL = B 60/70
1.00
0.95
0.90
0.85
0.80
0.75
0.70
0.65
0.60
0.55
0.50
GEHALT AN LOESUNGSMITTELRESTEN M.%
0.00
0.10
0.20
0.30
0.40
0.50
0.60
0.70
0.80
0.90
1.00

Tabelle 3 : Anforderungen an höchstzulässige Konzentrationen von Restlösungsmittel Toluol und Massnahmen

	Fall 1	Fall 2
	Routineanalysen von bituminösem Mischgut mit anschliessender Bindemittelrückgewinnung	Sonderprüfungen, Expertisen, Schieduntersuchungen, Forschungsarbeiten am bituminösen Mischgut mit anschliessender Bindemittelrückgewinnung
quantitativer Nachweis von Toluol	nicht nötig	nötig
zweckmässige Vorkehrungen	keine	Es wird zwischen den 3 Grenzbereichen unterschieden: 1. 0.02 - 0.05 Masse-% Toluol Viskositätsmessungen vornehmen 2. 0.05 - 0.10 Masse-% Toluol Arbeitsgang "Bindemittel-Isolieren" (vgl. Punkt 4.4.2.) 10 Min. wiederholen, danach Viskositätsmessungen durchführen 3. >0.1 Masse-% Toluol Arbeitsgang "Bindemittel-Isolieren" (vgl. Punkt 4.4.2.) 10 Min. wiederholen, Kontrollprüfung an Toluol-Resten mittels HPLC vornehmen. Falls Zustand 1. erreicht, Viskositätsmessungen vornehmen. Ansonsten Arbeitsgang "Bindemittel-Isolieren" fortsetzen, bis Zustand 1. verwirklicht

Tabelle 4 : Lösliches in verschiedenen Lösemitteln

Produkt-bezeichnung	Hersteller/ Verteiler	Lieferform	Zusatzstoffe	Lösemittel				
				Toluol	Dichloro-methan	1.1.1-Tri-chloraethan	1.1.2-Tri-chloraethen	Tetrahy-drofuran
B 80/100	VEBA	Fertigprodukt	-	99.99 %	99.94 %	99.95 %	99.95%	99.94 %
ELASTOREN 40	STIA	Fertigprodukt	EPDM	99.83 %	99.62 %	99.78 %	99.89 %	99.96 %
ELASTOREN 70	STIA	Fertigprodukt	EPDM	99.72 %	99.69 %	99.93 %	99.98 %	99.99 %
MOBIPLAST C	Mobil	Fertigprodukt	EVA u. andere	100.0 %	99.58 %	99.86 %	99.79 %	99.76 %
ROUTOFLEX E	Gerland	Fertigprodukt	Elastomer	99.84 %	99.68 %	99.80 %	99.74 %	99.61 %
STYRELF 13	ELF	Fertigprodukt	SBR vernetzt	99.82 %	99.85 %	99.94 %	99 95 %	99.98 %
MICOBIT	Wintershall	Fertigprodukt	ACM / ECB	99.89 %	99.78 %	99.86 %	99.97 %	99.97 %
BITUMEN C	STIA	Mischung mit Bitumen	Metallsalz (Mn) Org.Mangan Verbindung	99.85 %	99.88 %	99.98 %	99.99 %	99.89 %
VESTOPLAST	Hüls	Granulat	Polylefin-Copolymer	99.82 %	99.54 %	99.90 %	99.90 %	99.12 %
GRANULEN	STIA	Granulat + Mischung mit Bitumen	SBS, EVA und andere	99.82 %	99.62 %	99 72 %	99.74 %	99.24 %
LOTADER	CDF	Granulat + Mischung mit Bitumen	Terpolymer, EVA / Maleinsäureanhydrid	99.86 %	99.63 %	99.88 %	99.78 %	99.48 %
POLYFALT-W	OMW	Fertigprodukt	-	99.65 %	99.81 %	99.89 %	99.97 %	99.75 %
B 80/100	Shell Cressier	Fertigprodukt	-	99.93 %	99.89 %	99.86 %	99.97 %	99.95 %
Im Durchschnitt (nur PMB + Zusätze)				99.82 %	99.70 %	99.86 %	99.88 %	99.70 %

Aus der Tabelle 4 ist zu erkennen, dass Toluol, 1.1.1-Trichloraethan, 1,1,2-Trichloraethen ein vergleichbares Lösevermögen gegenüber polymermodifizierten Bitumen PMB besitzen, während Dichloromethan und Tetrahydrofuran diesbezüglich etwas schlechter abschneiden.

D A N K

Zum Abschluss dieser Forschungsarbeit "Rückgewinnung von Bindemittel aus bituminösen Belägen" ist der Firma SANDOZ AG Basel für die Unterstützung bei der Entwicklung einer HPLC-Methode zur Erfassung von Restlösungsmittel Toluol im rückgewonnenen Bindemittel bestens zu danken.

Strassenbau- und Entwicklungslabor
STIA PRATTELN AG

Dr. E. Fetz C. Grimm

Februar 1988

ANHANG I : RINGVERSUCH

(1. PROBELAUF MAERZ 1977)

FA 7/77 : RUECKGEWINNUNG VON BINDEMITTEL AUS BITUMINOESEN BELAEGEN ZU PRUEFZWECKEN

1. Ziel und Zweck des Ringversuches (Probelauf 1 März 1977)

Die aufgrund der im ersten Teil des Forschungsauftrages FA 7/75 festgelegten Arbeitsvorschrift (s. Anhang) zur schonenden Rückgewinnung von Bindemittel aus Lösungen ist auf Genauigkeit und Uebereinstimmung zu überprüfen.

2. Prüfstellen

Die am Ringversuch beteiligten 4 Prüfstellen wurden verschlüsselt und wie folgt bezeichnet:

K
E
C
J

3. Auswahl der Bindemittel

Die im Ringversuch eingesetzten Bindemittel umfassten (Provenienz STIA):

B 180/220
B 40/50
TB 200/500
TB 4000

Bindemitteleinwaage = 100 g

4. Auswahl der Lösungsmittel

Als Lösungsmittel fanden BENZOL und TOLUOL Anwendung.

5. Untersuchung der Eigenschaften des Bindemittels

Vor und nach der Rückgewinnung sollten folgende Kenndaten des Bindemittels bestimmt werden (mind. 3 Einzelbestimmungen für jede Prüfung):

- Penetration
- Erweichungspunkt R+K
- Dynamische Viskosität bei 60°C und 130°C
- Brechpunkt nach Fraass

6. Aufwand bei den einzelnen Prüfstellen

Da die erforderliche Laborausrüstung bei einzelnen Prüfstellen fehlte (Rotationsviskosimeter), war der Umfang der Laborbearbeitungen bei den einzelnen Prüfstellen recht unterschiedlich:

K : alle Bindemittel	alle Lösungsmittel	alle Eigenschaften
E : alle Bindemittel	nur Benzol	nur Pen, EP R+K, Viskosität, BP Fraass
J : nur B 40/50 B 180/220	nur Benzol	nur Pen, EP R+K, BP Fraass
C : alle Bindemittel	nur Toluol	nur Pen, EP R+K, BP Fraass teilweise

7. Erläuterungen zu Resultaten aus Probelauf 1

(vgl. Zusammenstellung 1)

7.1. B 180/220

Aus den Abb. 9-12 wird ersichtlich, dass die durch die verschiedenen Labors ermittelten Bezugswerte (Kennwert des Bindemittels im Originalzustand) mit einer grossen Streuung der Extremwerte um den Mittelwert behaftet sind:

z.B.	bei der Penetration:	Mittelwert:	177 1/10 mm
		Höchstwert:	183 1/10 mm (K)
		Tiefstwert:	160 1/10 mm (J)
	bei dem EP R+K:	Mittelwert:	41.5°C
		Höchstwert:	42.2°C (J)
		Tiefstwert:	40.6°C (C)

Die Penetrations- und Erweichungspunkte haben sich (gegenüber den einzelnen Prüfstellen zugehörigen Bezugswerten) in Richtung einer geringen Verhärtung bei der Prüfstelle K, hingegen in Richtung einer Erweichung bei Prüfstelle E und C verändert.

Im Gegensatz dazu stimmen die von den Labors K und E ermittelten Viskositätswerte des Bindemittels im Anlieferungszustand als auch diejenigen nach der Aufarbeitung weitgehend überein.

Die Messungen der dynamischen Viskosität sprechen dafür, dass unter den angewendeten Destillationsbedingungen keine Lösungsmittelreste mehr im aufgearbeiteten Bindemittel enthalten sind. Es kann angenommen werden, dass unter diesen Bedingungen keine nennenswerte Verhärtung eingetreten ist.

7.2. B 40/50 (vgl. Abb. 9-12)

Die Kenndaten der "harten" Bitumensorte B 40/50, wie sie in den einzelnen Laboratorien ermittelt wurden, weisen - unabhängig von dem verwendeten Lösungsmittel - unterschiedliche Werte auf.

Bei den Bezugswerten ist zunächst auffallend, dass die beim Erweichungspunkt R+K geforderte Reproduzierbarkeit von ± 1.0°C nicht eingehalten wurde, die einzelnen Werte weichen voneinander um mehr als 3°C ab.

Bis auf den Einzelfall der bei der Prüfstelle E in Benzol durchgeführten Aufarbeitung weichen die nach Rückgewinnung von den anderen Labors ermittelten Kenndaten (Penetration, Erweichungspunkt R+K) von den entsprechenden Bezugswerten ab, d.h. es ist deutlich eine Erweichung eingetreten. Es ist somit anzunehmen, dass verbleibende Lösungsmittelreste die festgestellten Veränderungen der Bindemitteleigenschaften verursachten.

Im Hinblick auf diesen Sachverhalt ist eine Verschärfung der Destillationsbedingungen erforderlich:

Sumpftemperatur	:	140°C	(früher 135°C)
Druck	:	25 mm Hg	(früher 30 mm Hg)
Destillationszeit	:	20 Min.	(unverändert)

7.3. TB 200/500 (vgl. Abb. 13-16)

Bei den von den 4 Prüfstellen ermittelten, gut untereinstimmenden Kenndaten des Ausgangsbindemittels ist nach Aufarbeitung mehrheitlich ein Trend nach Erweichung infolge verbleibender Lösungsmittelreste feststellbar.

Dies wird durch die gemessenen tieferen Erweichungspunkte R+K resp. höheren Penetrationswerte bestätigt.

Da die Viskositätswerte, die in den Labors K und E gemessen wurden, gut übereinstimmen, ergeben sich wiedersprüchliche Aussagen, je nachdem ob konventionnelle (Penetration, Erweichungspukt R+K) oder moderne bindemittelspezifischen Untersuchungsmethoden angewendet werden (dynamische Viskosität).

Die bisherigen Destillationsbedingungen werden beibehalten und wie folgt übernommen:

Sumpftemperatur	:	130°C
Druck	:	40 Torr
Destillationszeit	:	20 Min.

7.4. TB 4000 (vgl. Abb. 13-16)

Nach dem Befund vom Labor K dürfte diese Bindemittelsorte unter den bis anhin angewendeten Destillationsbedingungen einer signifikanten Verhärtung unterliegen, und zwar bei sämtlichen überprüften Bindemittelkenndaten (Penetration, Erweichungspunkt R+K, dynamische Viskosität).

Zu einem teilweise anderen Befund kamen die Prüfstellen E und C, deren Ergebnisse eher auf eine Erweichung hindeuten.

Im Hinblick auf diesen widersprüchlichen Sachverhalt, wurde entschieden mit den bisherigen Versuchsbedingungen weiterzufahren:

Sumpftemperatur	:	130°C
Druck	:	35 Torr
Destillationszeit	:	20 Min.

8. Schlussfolgerungen aus dem Probelauf 1 des Ringversuches

(vgl. Zusammenstellung der Resultate)

- In Abhängigkeit vom verwendeten Lösungsmittel (Benzol/Toluol) lassen sich keine Einflüsse auf die Endkonsistenz nach der Aufarbeitung erkennen.

- Die Bestimmung des Erweichungspunktes Ring + Kugel bzw. der Penetration reicht allein nicht aus, um allfällige Veränderungen der Bindemitteleigenschaften zu erfassen. Die Aussagekraft von konventionnellen Prüfverfahren ist beschränkt. Konventionnelle Prüfverfahren wie Penetration, Erweichungspunkt R+K basieren entweder auf einer konstanten Temperatur (Penetration 25°C) oder einer konstanten Viskosität und lassen deshalb nur relativierende Viskositätsaussagen zu.

  Das Rotationsviskosimeter liefert im mehr elastischen Bereich, der diesem Temperatur- bzw. Viskositätsbereich entspricht, Ergebnisse, die durch konventionnellen Prüfverfahren nicht zu erfassen sind (dynamische Viskosität bei 30°C und 60°C). Unterhalb 60°C verhalten sich Strassenbaubitumen bekanntlich wie strukturviskose Substanzen, bei denen die Viskosität nicht nur von der Temperatur, sondern auch von der Schergeschwindigkeit abhängt (Scherempfindlichkeit). In diesem Zusammenhang kann bei solchen Substanzen nicht mehr von Viskosität gesprochen werden, ohne das Schergefälle, bei dem die Messung erfolgt, anzugeben. Bei der Bestimmung der Viskositätseigenschaften mit Hilfe des Rotationsviskosimeters ist dies ohne weiteres möglich (Schergefälle üblicherweise 1.00 oder 100 Sek.$^{-1}$); während bei konventionnellen Methoden, bei denen sich das Schergefälle im Verlauf der Messung ständig ändert, dies nicht möglich ist.

  Aufgrund der obigen Erläuterungen sind die Widersprüche im Hinblick auf den jeweils in Betracht gezogenen Bindemittelkennwert (Penetration und Erweichungspunkt R+K einerseits sowie dynamische Viskosität andererseits) verständlich.

- Verbleibende Lösungsmittelreste können eine gegebenenfalls vorhandene Verhärtung des Bindemittels nach der Rückgewinnung ausgleichen und somit ein in seinen Eigenschaften unverändertes Bindemittel vortäuschen.

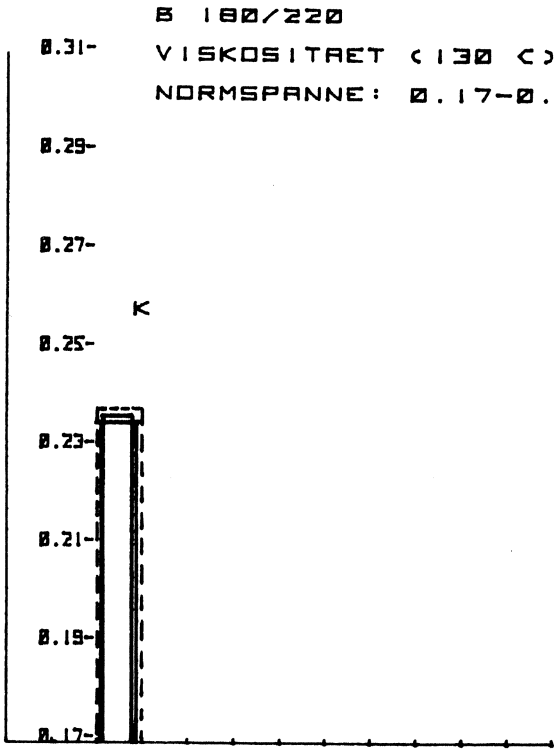
  Die Erfassung verbliebener Lösungsmittelreste im Bitumen wird durch eine Vielzahl von analytischen Methoden (z.B. gaschromatographische-, infrarotspektographische Untersuchungen, Hochdruckflüssigkeitschromatographie) ermöglicht, die evtl. im Rahmen anschliessender Untersuchungen zu berücksichtigen sind.

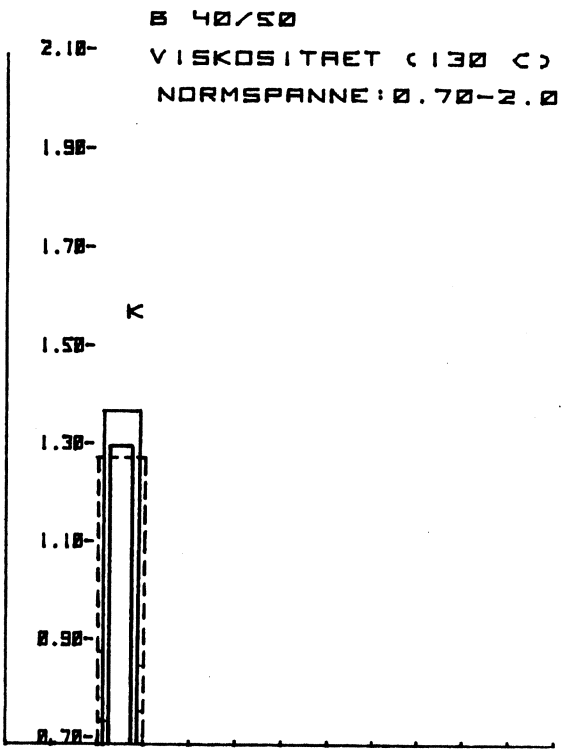
FA RUECKGEWINNUNG VON BINDEMITTEL AUS BITUMINOESEN BELAEGEN : PROBELAUF RINGVERSUCH (Zusammenstellung Resultate 1. Probelauf)

		B 180/220				B 40/50				TB 200/500				TB 4000			
		Pen	R+K	Dyn. 60°	Visk. 130°	Pen	R+K	Dyn. 60°	Visk. 130°	Pen	R+K	Dyn. 60°	Visk. 130°	Pen	R+K	Dyn. 60°	Visk. 130°
Prüfstelle K	BENZOL	↗	↗	=	=	=	↘	↘	=	↗	=	=	=	↗	↗	↗	↗
	TOLUOL	↗	↗	=	=	=	↘	↘	=	↗	↘	=	=	↗	↗	↗	↗
Prüfstelle E	BENZOL	↘	↘	=		↘	↗	=		↘	↘	=		↘	↘	↗	
	TOLUOL																
Prüfstelle J	BENZOL	=	=			↘	↘										
	TOLUOL																
Prüfstelle C	BENZOL																
	TOLUOL	↘	=			↘	↘			↘	↘			↘	↗		

= unverändert nach der Aufbereitung ↗ Verhärtung ↘ Erweichung

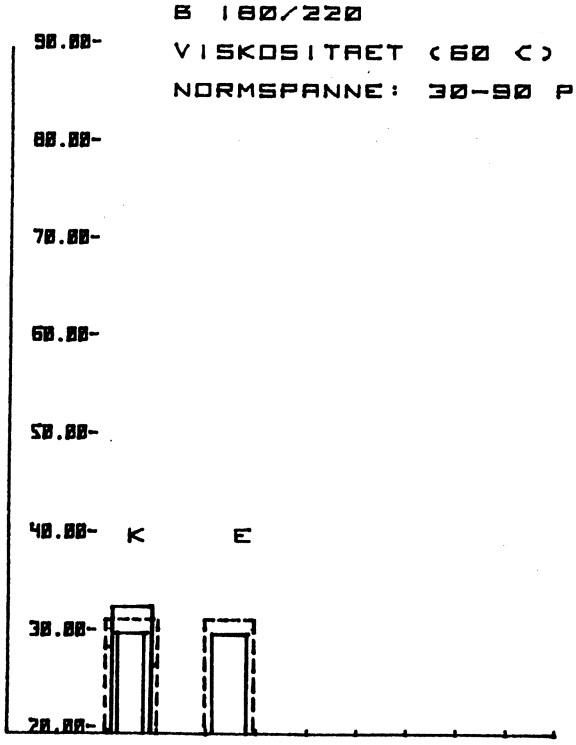
ORGINALZUSTAND AUFGEARBEITET IN BENZOL IN TOLUOL ABB. 9

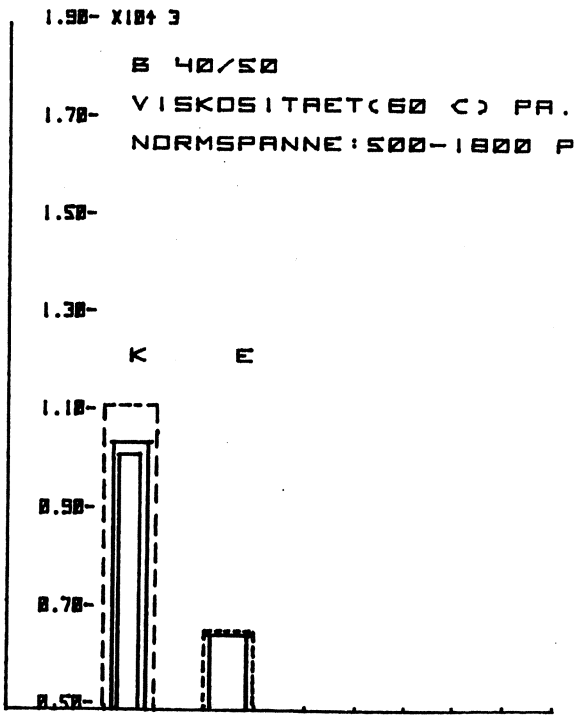




FA RUECKGEWINNUNG VON BINDEMITTELN AUS BIT. BELAEGEN : 1. PROBELAUF / MAERZ 1977
****

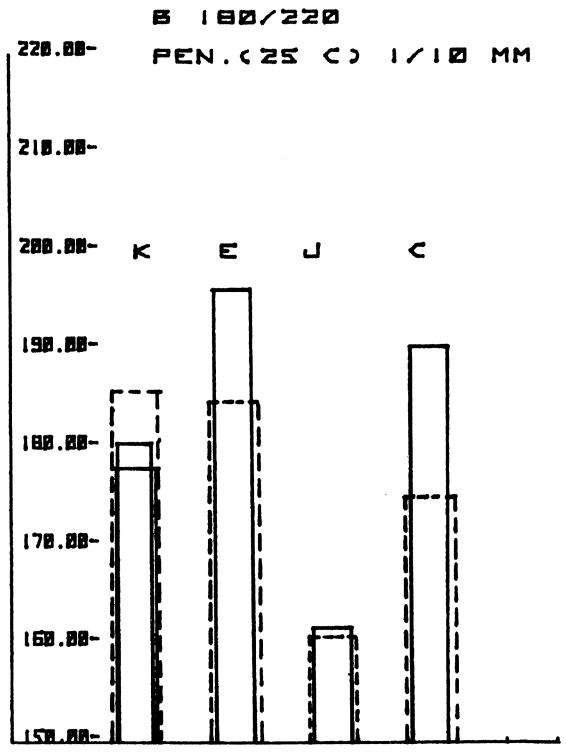
ORGINALZUSTAND AUFGEARBEITET IN BENZOL IN TOLUOL ABB. 10

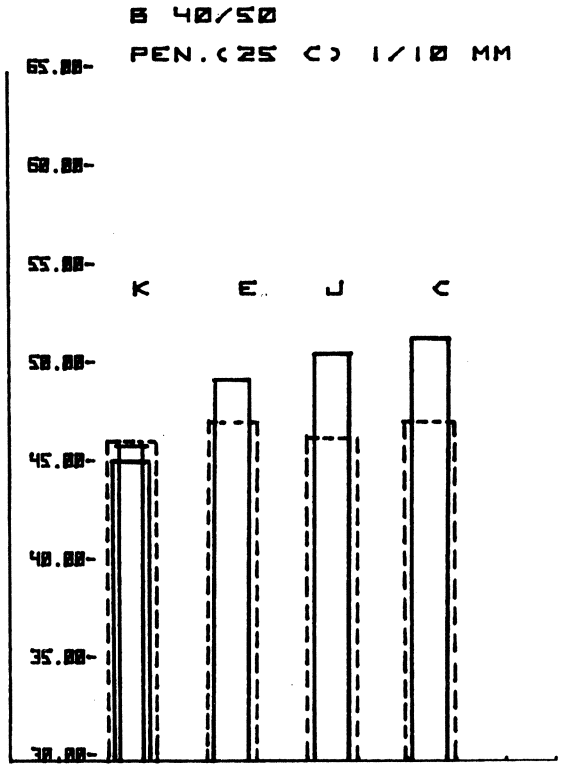




FA RUECKGEWINNUNG VON BINDEMITTELN AUS BIT. BELAEGEN : 1. PROBELAUF MAERZ 1977

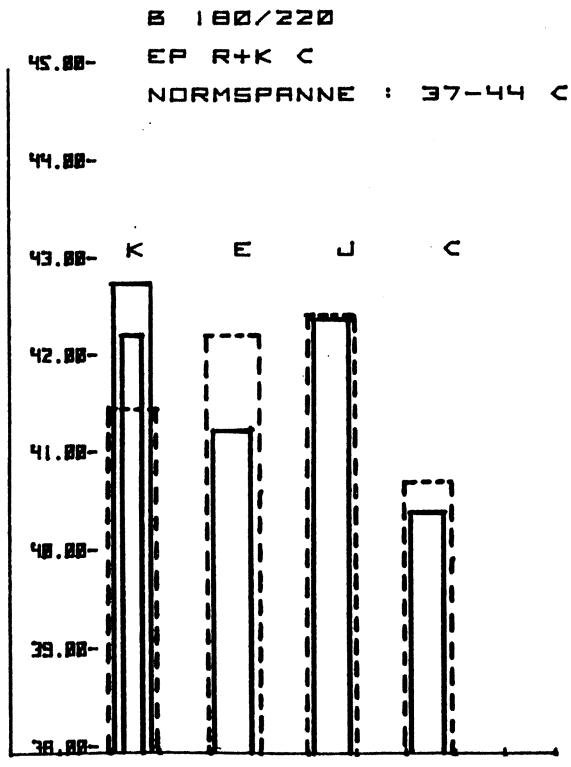
ANLIEFERUNG . AUFGEARBEITET IN BENZOL IN TOLUOL ABB. 11

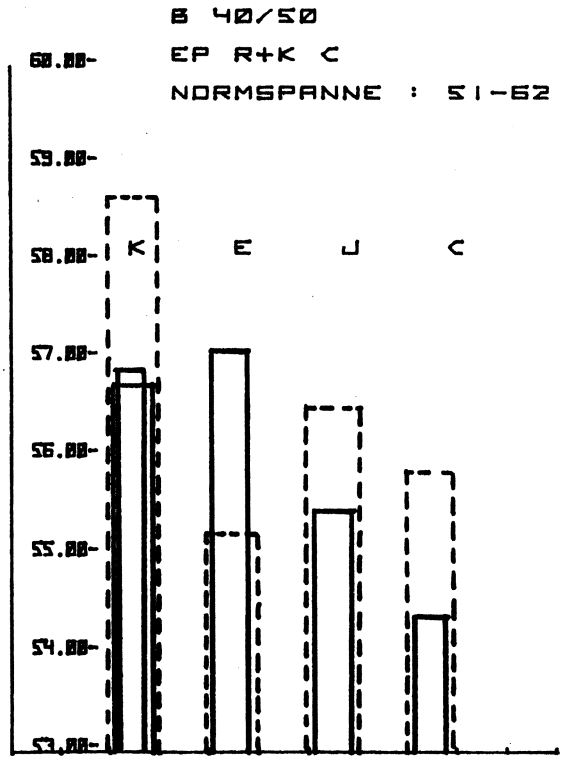




FA RUECKGEWINNUNG VON BINDEMITTELN AUS BIT. BELAEGEN : 1. PROBELAUF MAERZ 1977

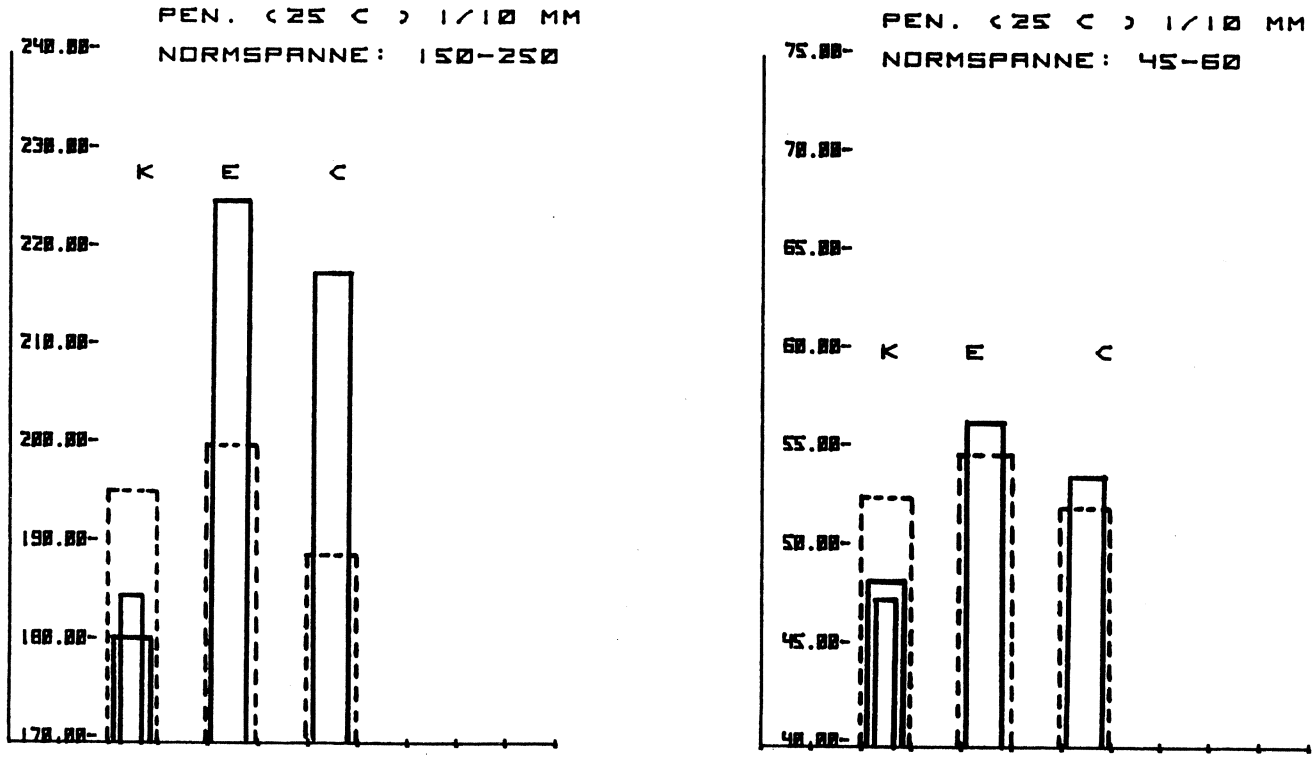
ANLIEFERUNG AUFGEARBEITET IN BENZOL IN TOLUOL ABB. 12





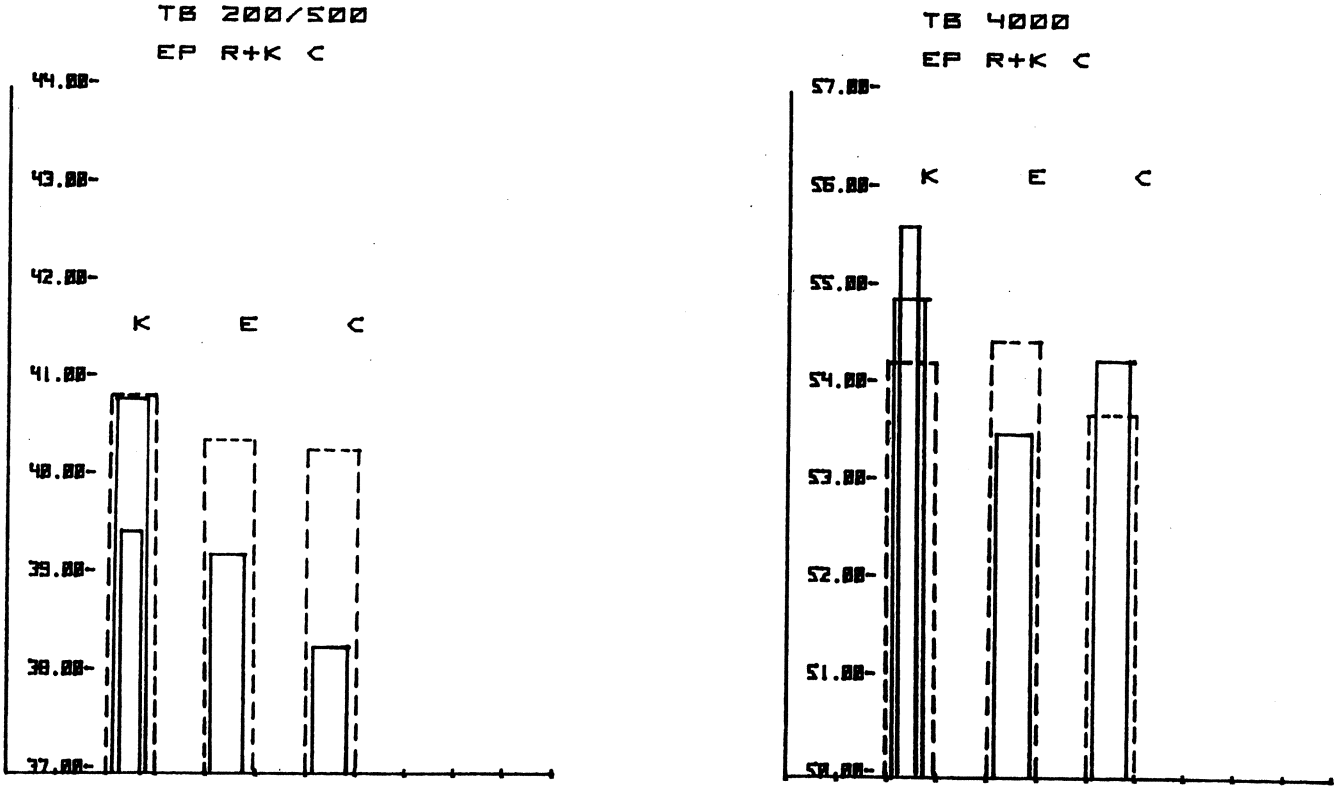
FA RUECKGEWINNUNG VON BINDEMITTELN AUS BIT. BELAEGEN : 1. PROBELAUF MAERZ 1977

ANLIEFERUNG AUFGEARBEITET IN BENZOL IN TOLUOL ABB. 13



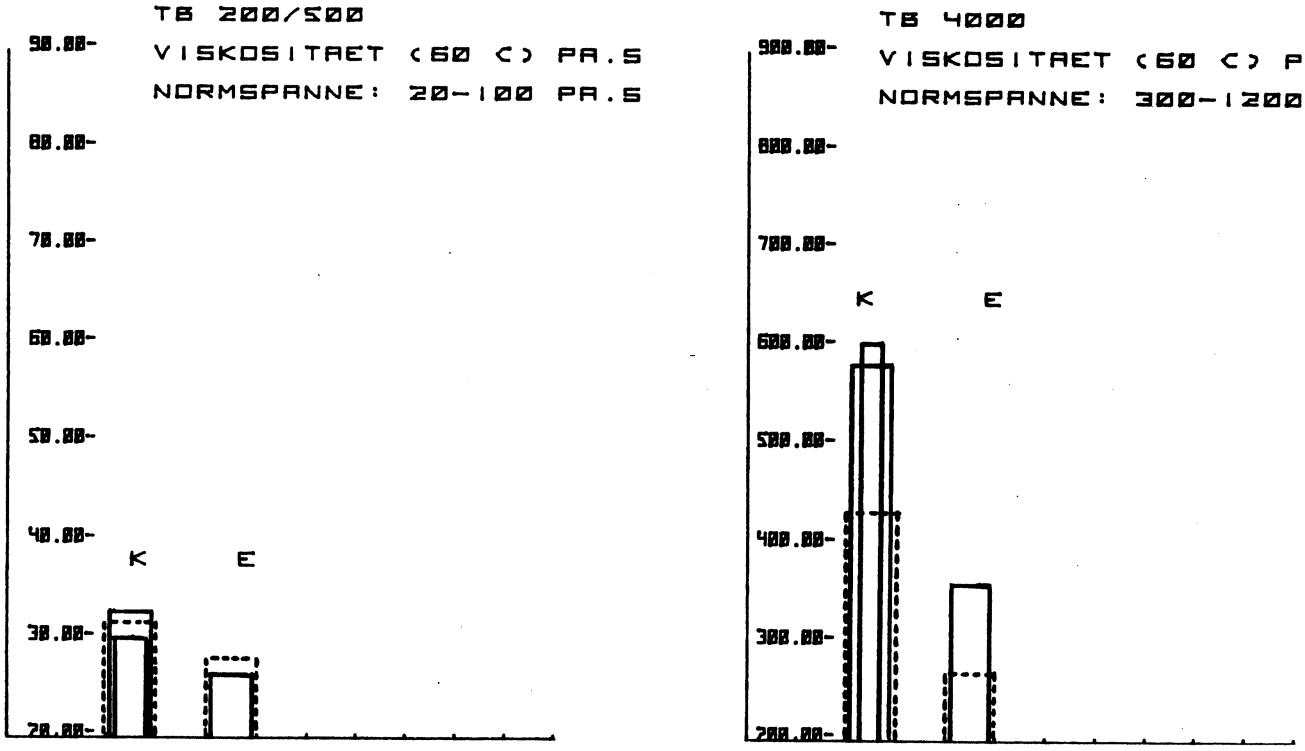
FA RUECKGEWINNUNG VON BINDEMITTELN AUS BIT. BELAEGEN : 1. PROBELAUF MAERZ 1977

ANLIEFERUNG AUFGEARBEITET IN BENZOL IN TOLUOL ABB. 14



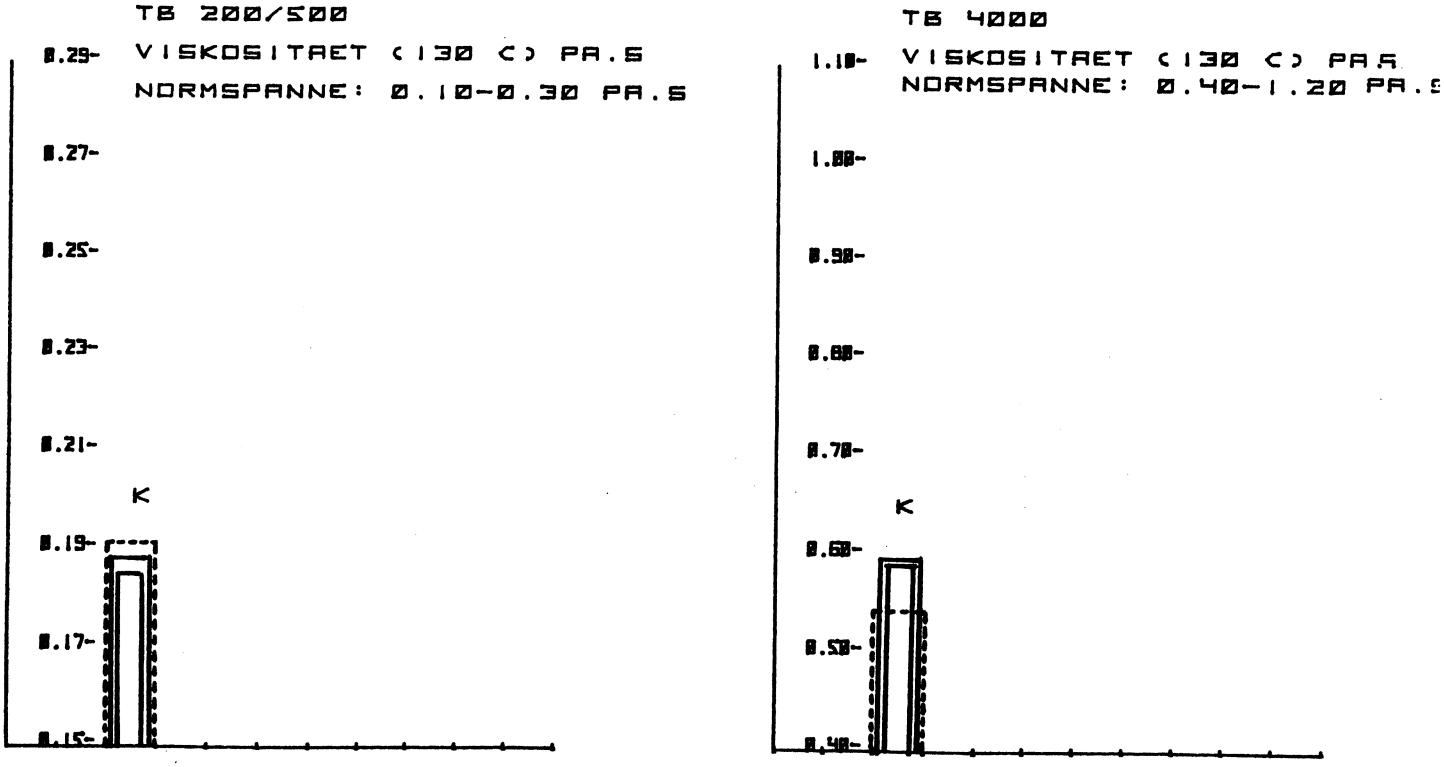
FA RUECKGEWINNUNG VON BINDEMITTELN AUS BIT. BELAEGEN : 1. PROBELAUF MAERZ 1977

ANLIEFERUNG AUFGEARBEITET IN BENZOL IN TOLUOL ABB. 15



FA RUECKGEWINNUNG VON BINDEMITTELN AUS BIT. BELAEGEN : 1. PROBELAUF MAERZ 1977

ANLIEFERUNG AUFGEARBEITET IN BENZOL IN TOLUOL ABB. 16



ANHANG II : RINGVERSUCH

(2. PROBELAUF MAERZ 1981)

FA 7/77 : RUECKGEWINNUNG VON BINDEMITTEL AUS BITUMINOESEN BELAEGEN ZU PRUEFZWECKEN (PROBELAUF 2)

9. Ziel und Zweck des Ringversuches (Probelauf 2 März 1981)

Die aufgrund von Probelauf 1 überarbeitete Arbeitsvorschrift zur schonenden Rückgewinnung von Bindemittel aus Lösungen von Bitumen in Toluol sollte auf Genauigkeit und Uebereinstimmung geprüft werden.

10. Prüfstellen

Die am Probelauf 2 beteiligten Prüfstellen wurden codiert und folgendermassen bezeichnet:

K
E
J
C

11. Auswahl der Bindemittel

Die in den Probelauf 2 des Ringversuches einbezogenen Bindemittelsorten (Provenienz STIA) umfassten:

B 180/220
B 40/50

Bindemitteleinwaage : 125 g

12. Auswahl der Lösungsmittel

Zwecks Vereinheitlichung wurde nur ein Lösungsmittel eingesetzt: TOLUOL.

13. Untersuchung der Kenndaten des Bindemittels

Vor und nach der Rückgewinnung sollten folgende Kenndaten des Bindemittels untersucht werden (mind. 3 Einzelbestimmungen für jede Prüfung):

- Penetration
- Erweichungspunkt R+K
- Dynamische Viskosität bei 60°C und 130°C

14. Aufwand bei den einzelnen Prüfstellen

Im Hinblick auf die im Probelauf 1 gesammelten Erfahrungen (erschwerte Auswertung infolge des unterschiedlichen Umfangs der Laboruntersuchungen bei den einzelnen Prüfstellen) wurde folgendes festgelegt:

Alle Prüfstellen führen gemäss dem festgelegten Arbeitsverfahren die gleichen Aufarbeitungen in Toluol durch und bemühen sich, nach Möglichkeit die entsprechenden Kenndaten vor und nach der Rückgewinnung zu überprüfen.

15. Erläuterungen zu Resultate von Probelauf 2

(vgl. Zusammenstellung 2)

15.1. B 180/220 (vgl. Abb. 17 - 20)

Alle Labors fanden nach der Aufarbeitung eine Zunahme bei der Penetration um im Mittel 12 Penetrationseinheiten. Dabei wird die Schwelle der abs. Reproduzierbarkeit geringfügig überschritten (± 9.6 Punkte). Die festgestellten einzelnen Penetrationswerte des Bitumens im Originalzustand zeigten grosse Unterschiede (Höchstwert 197, Tiefstwert 181).

Der Einfluss der messverfahrenbedingten Abweichungen auf die Prüfergebnisse (z.B. Einfluss der Temperierung auf 25°C, Einfluss der Unterschiede der Labors hinsichtlich Messgeräte, Laboranten, Sorgfalt, Umwelteinflüsse etc.) scheint von ebenso grosser Bedeutung wie der Einfluss der Veränderung durch die Aufarbeitung im Lösungsmittel.

Die Resultate der über den Erweichungspunkt R+K und die dynamische Viskosität bei 60°C und 130°C ermittelten Viskositätseigenschaften am zurückgewonnenen sowie am Originalbitumen zeigten insbesondere inbezug auf den Einfluss der Aufarbeitungsmethode wesentlich geringere Schwankungen. Bei einzelnen Prüfstellen (J, C) wurden bei der Bestimmung der dynamischen Viskosität bei 60°C und 130°C erhebliche Diskrepanzen festgestellt. Diese Prüfstellen gelangten zu widersprüchlichen Prüfergebnissen, die auf messbedingte Prüffehler zurückzuführen sind.

Die Resultate von Labor E und K lassen eine gute Uebereinstimmung bei sämtlichen überprüften Bindemittelkennwerten vor und nach der Rückgewinnung erkennen.

Als optimale Bedingungen für eine möglichst lösungsmittelfreie Rückgewinnung des Bitumens B 180/220 aus Toluol-Lösungen gelten somit folgende Kriterien:

Sumpftemperatur	:	140°C
Druck	:	30 Torr
Destillationszeit	:	20 Min.

15.2. B 40/50 (vgl. Abb. 17 - 20)

Die Bearbeitung der Rückgewinnung von Bitumen B 40/50 aus Toluol-Lösungen ergibt aufgrund der Untersuchungsresultate der Labors E, J und C, dass im Vergleich zum Ausgangsbitumen eine Zunahme der Viskosität eingetreten ist. Die Prüfergebnisse von Labor K weisen auf ein weitgehend unverändertes Bitumen hin. Gesamthaft gesehen sind die unter Vergleichsbedingungen ermittelten Resultate, analog zum Befund bei Bitumen B 180/220, mit grösseren, messverfahrenbedingten Abweichungen behaftet. Das hat zur Folge, dass dadurch die Beurteilung der Zuverlässigkeit des angewendeten Laborverfahrens zur schonenden Rückgewinnung von Bindemittel aus bituminösen Belägen erschwert wird.

Aufgrund der zusammenhängenden Beurteilung der Untersuchungsresultate ist eine Anpassung der Aufbereitungsmethode in bezug Destillationsbedingungen nicht erforderlich.

Als geeignete Destillationsbedingungen gelten bei Verwendung von Toluol:

Sumpftemperatur	:	140°C
Druck	:	25 Torr
Destillationszeit	:	20 Min.

16. Zusätzliche Ueberprüfung des Laborsverfahrens / Ergänzungsversuche zu früheren Arbeiten mit den Bindemittelsorten B 60/70, B 120/150, TB 2000, TB 200/500, Lösungsmittel Toluol

Zur Bestätigung der in der Arbeitsvorschrift festgelegten Destillationsbedingungen beim Isolieren des Bindemittels wurde eine zusätzliche Versuchsserie von 3 bis 4 Aufarbeitungen in Toluol pro Bindemittelsorte durch die Prüfstelle K durchgeführt. Als Bindemittelkennwert wurde zusätzlich zu den bisher untersuchten Kenndaten (Penetration, Erweichungspunkt R+K, dynamische Viskosität 60°C und 130°C) der Erweichungspunkt EPM (Tropfpunkt Mettler) bestimmt. Die Prüfergebnisse am Ausgangsbitumen und am in Toluol-Lösungen aufgearbeiteten Bitumen sind in den Zusammenstellungen 3 und 4 (Seiten 87, 88) aufgeführt.

Diesen Zusammenstellungen kann entnommen werden:

a) Bezugnehmend auf die in [1] formulierten Schlussfolgerungen, 6.5.2, zeigt sich, dass die bis anhin noch nicht untersuchten Bindemittelsorten B 60/70 und B 120/150 nahezu die gleichen Destillationsbedingungen erfordern wie die übrigen Sorten B 40/50, B 80/100, B 180/220. Unter vergleichbaren Bedingungen wie Bindemitteleinwaage, Lösungsmittelart, Reinheitsgrad des verwendeten Lösungsmittels, sind die beim Isolieren des Bindemittels einzustellenden Variablenniveaus der Einflussgrössen Temperatur, Druck und Destillationszeit unabhängig von der Penetrationsstufe des vorliegenden Bitumens.

b) Mit Ausnahme des Bindemittels TB 200/500, stimmen die Bindemittelkennwerte vor und nach der Aufarbeitung bei den verhältnismässig "harten" Sorten B 60/70 und TB 2000 gut überein.

Bei den "weicheren" Sorten B 120/150 und, verstärkt, bei TB 200/500, ist deutlich ein Trend nach Erweichung feststellbar. Bei der Rückgewinnung von Teerbitumen-Proben höherer Penetrationsstufe ist die Durchführung einer möglichst lösungsmittelfreien Rückgewinnung in Verbindung mit möglichst geringer Veränderung der Viskositätseigenschaften des Ausgangsbindemittels problematisch. Dieser Sachverhalt wird in [1], § 6.2.3, ausführlich behandelt.

c) In Anlehnung an die in Punkt 8, Probelauf 1, gemachten Anmerkungen zeigt sich, dass bei der Penetrationsprüfung mehrere stoffliche Eigenschaften wie Grundkonsistenz, Temperatur- und Scherempfindlichkeit, in Abhängigkeit, von den Prüfbedingungen, der Bindemittelart und -Sorte in die Prüfung eingehen.

Diese Komplexität der Penetrationsprüfung erfordert eine vorsichtige Interpretation der Penetrationswerte als zuverlässige Kennwerte zur Erfassung der Veränderung der Bindemitteleigenschaften, vor und nach der Rückgewinnung.

Im Gegensatz dazu sind die Bestimmung von Erweichungspunkt R+K, Erweichungspunkt EPM, oder der dynamischen Viskosität als Prüfungen zu werten, die im wesentlichen die Veränderung der Eigenschaften des vorliegenden Bindemittels (Grundkonsistenz) erfassen.

17. Folgerungen für die Planung, Durchführung und Auswertung von Ringuntersuchungen

Die Auswertung der Prüfergebnisse aus Probelauf 1 und 2 hat gezeigt:

- Die Schwankungen der Untersuchungsresultate der einzelnen Prüfstellen bei den Prüfungen am Ausgangsbindemittel sind wider Erwartung relativ gross ausgefallen. Die normgerechte Reproduzierbarkeit konnte bei einzelnen Prüfungen nicht eingehalten werden. Dies hatte zur Folge, dass die Bezugswerte der Bindemitteleigenschaften im Ausgangszustand nicht immer sichergestellt werden konnten.

  Aufgrund des Sachverhaltes, dass die Abweichungen der Prüfresultate am Ausgangsbitumen unter Vergleichsbedingungen der Grössenordnung der Abweichungen nach der Aufarbeitung im Lösungsmittel entsprechen, gilt als Hinweis dass die normierten Prüfungen Penetration, Erweichungspunkt R+K und dynamische Viskosität unsachgemäss durchgeführt wurden (mangelnde Sorgfalt, prüf- u./o. messverfahrenbedingte Fehler, nicht normkonforme Verfahren, fehlerhafte Einstellung der Geräte, unterschiedliche Vorbehandlung der Bindemittelproben).

Trotz diesen Vorbehalten lassen sich aus den Zahlenwerten der Prüfresultate Erweichungspunkt R+K und dynamische Viskosität bei 60°C und 130°C am wiedergewonnenen Bindemittel Rückschlüsse auf die Wiederhol- und Vergleichbarkeit des Laborsverfahrens zur schonenden Rückgewinnung von Bindemittel aus bituminösen Belägen ziehen.

Die in den Zusammenstellungen 3 und 4 aufgeführten unter normkonformen Wiederholbedingungen bestimmten Prüfergebnisse weisen durchaus geringe Standardabweichungen auf.

Der Vergleich der in den verschiedenen Labors ermittelten Bindemittelkennwerte am wiedergewonnenen Bindemittel zeigt, dass das verwendete Laborverfahren [1] zuverlässige und zweckmässige Resultate gewährleistet und somit als Grundlage zur Normierung dieser Arbeitsweise geeignet ist. Bei teerhaltigen, weichen Bindemittelmischungen wie Teerbitumen TB 200/500 sind die im Rahmen dieser Versuche oder früherer Arbeiten [1] gemachten Feststellungen zu berücksichtigen, dass dabei wesentlich komplexere Verhältnisse im Vergleich zu Reinbitumen B 180/220 vorliegen.

Die Prüfergebnisse der Bestimmung der Penetration von isoliertem Bindemittel aus Lösungsmittel sind als Richtwerte zu betrachten. Die Begründung für diese Feststellung beruht auf dem kolloidalen Aufbau des Bitumens. Durch den Lösevorgang des Bitumens im Lösungsmittel wird der kolloidale Aufbau und damit die Strukturviskosität gestört. Dies führt zur Beeinflussung von Penetrationsmesswerten.

Bei der Planung der vorgesehenen Ringuntersuchung sind folgende Randbedingungen zu berücksichtigen:

1. Vor Beginn der Ringuntersuchung sind zuverlässige Soll- und Bezugswerte festzulegen, damit die Voraussetzungen zur Bildung repräsentativer Mittelwerte gewährleistet ist.

2. Der Vertrauensbereich für die Standardabweichung unter Wiederholbedingungen ist von der Anzahl der Einzelprüfungen und der Prüfstellen, der Vertrauensbereich für die Standardabweichung unter Vergleichbedingungen <u>im wesentlichen von der Anzahl der Prüfstellen abhängig</u>.

Da die Standardabweichung unter Vergleichbedingungen als dominant zu betrachten ist, sollte mehr Wert auf eine grössere Zahl von Prüfstellen gelegt werden als auf eine grosse Anzahl von Einzelprüfungen. Bei einer grossen Anzahl von Prüfstellen wirkt sich eine statistisch begründete Elimination von Ausreissern nur unwesentlich auf die Ergebnisse aus.

Bei Ringuntersuchungen ist im Stadium der Planung die Aufstellung eines geeigneten varianzanalytischen Modells vorzunehmen. Gegebenenfalls sind unterschiedliche statistische Modelle zu erarbeiten, die im Hinblick auf die Zielsetzung die Planung der Ringuntersuchung bestimmen und den unterschiedlichen Merkmalen (Bindemittelkennwerte) Rechnung tragen.

Im Anhang II, Seite 89 - 97, wird auf die statistischen Belange des geplanten Ringversuches eingegangen.

Zur Gewährleistung von vergleichbaren Ergebnissen der Ringuntersuchung ist eine einheitliche Anwendung des Laborverfahrens umfassend die Probenvorbereitung, die Durchführung der Versuche und das Bestimmen der Bindemittelkenndaten sicherzustellen.

FA RUECKGEWINNUNG VON BINDEMITTEL AUS BITUMINOESEN BELAEGEN : 2. PROBELAUF RINGVERSUCH, ZUSAMMENSTELLLNG DER RESULTATE

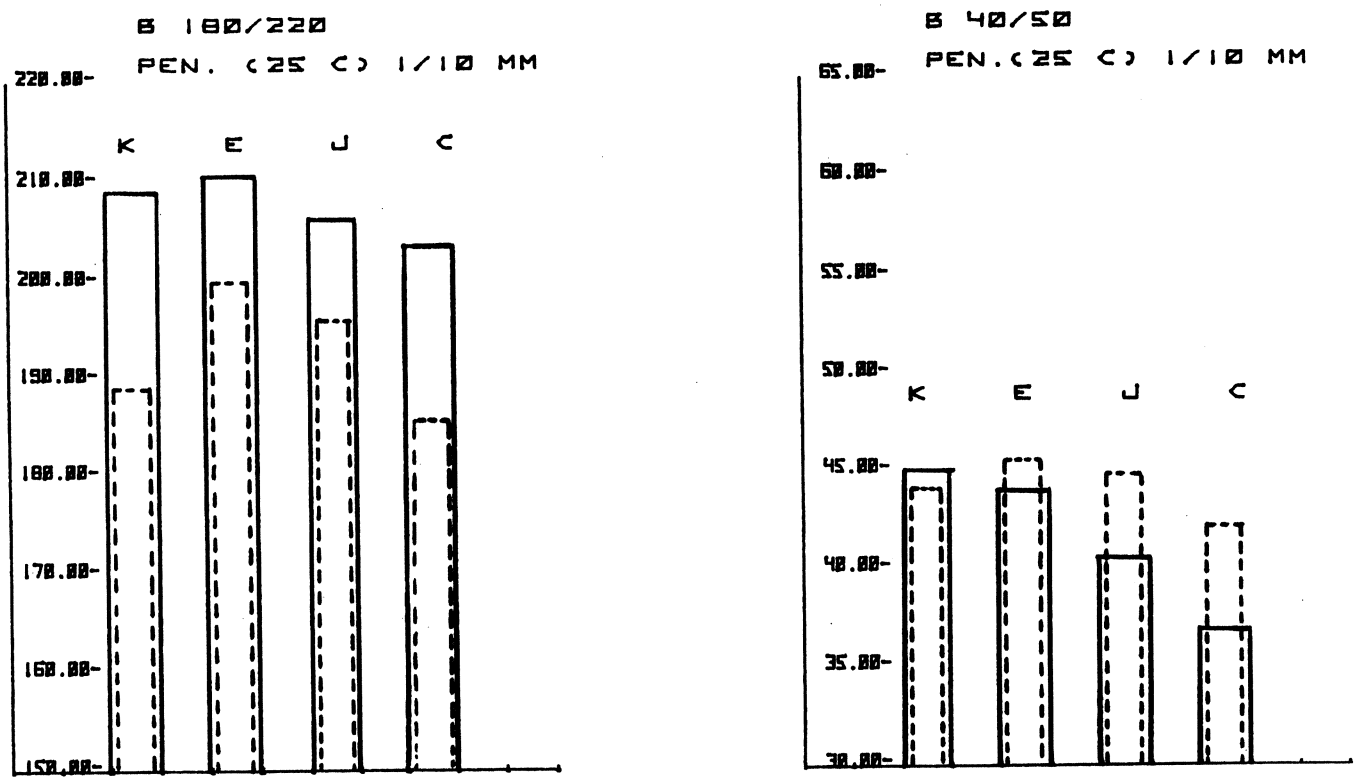
		B 180/220				B 40/50			
		Pen	EP R+K	Dyn. 60°	Visk. 130°	Pen	EP R+K	Dyn. 60°	Visk. 130°
Prüfstelle K	Lösungsmittel TOLUOL	↘	=	=	=	=	=	=	=
Prüfstelle E	Lösungsmittel TOLUOL	↘	=	=	=	=			
Prüfstelle J	Lösungsmittel TOLUOL	↘	=	=	↗	↗		=	
Prüfstelle C	Lösungsmittel TOLUOL	↘	=	=	↗	↗	↗	↗	↗

= unverändert nach der Aufarbeitung ↗ Verhärtung ↘ Erweichung

↘ leichte Erweichung

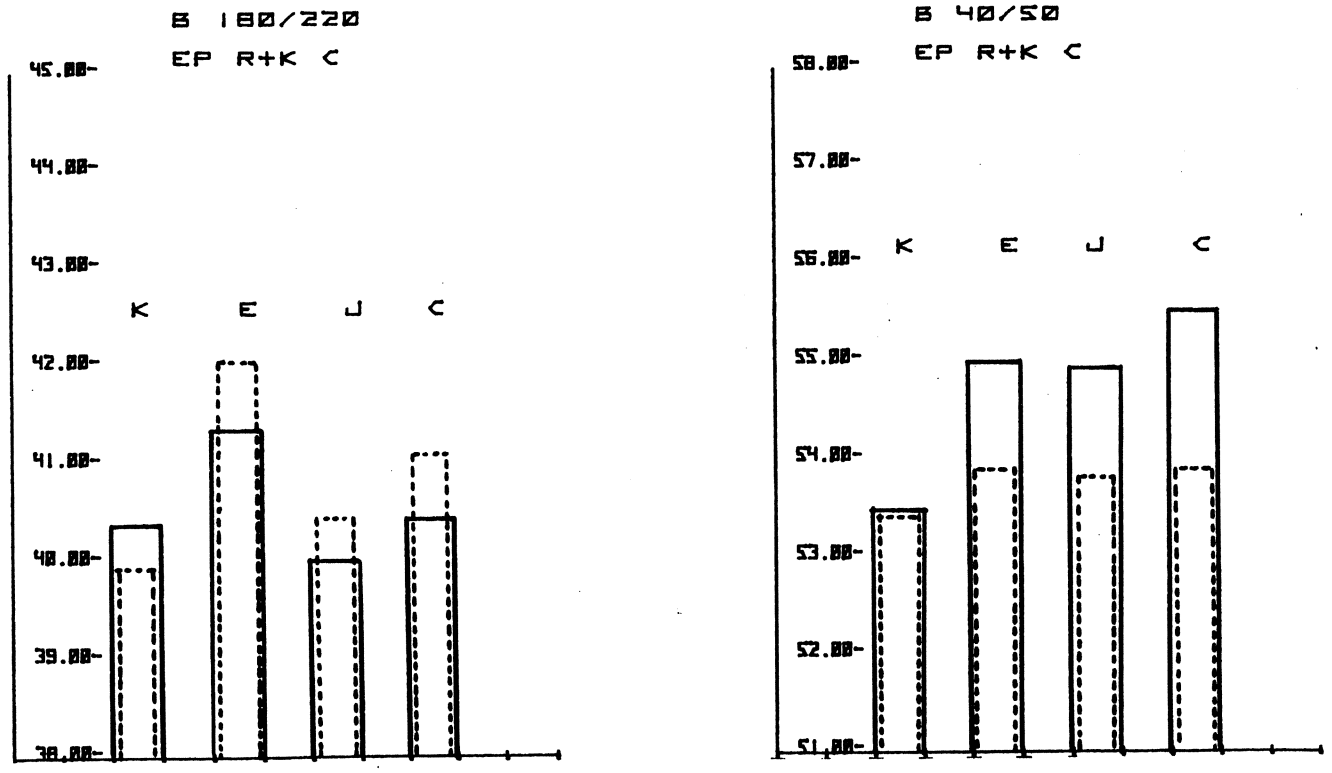
FA 7/77 RUECKGEWINNUNG VON BINDEMITTELN AUS BIT. BELAEGEN : 2.PROBELAUF MAERZ 1981

ORGINALZUSTAND AUFGEARBEITET IN TOLUOL ABB. 17



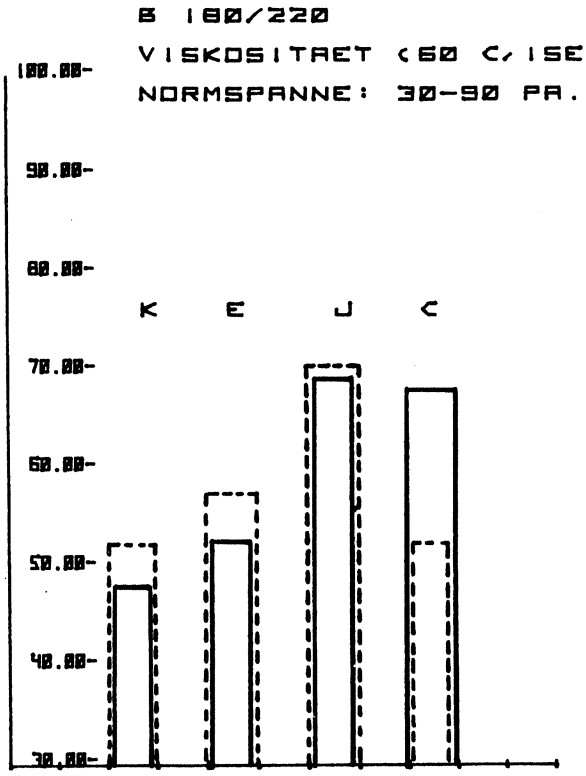
FA 7/77 RUECKGEWINNUNG VON BINDEMITTELN AUS BIT. BELAEGEN : 2. PROBELAUF MAERZ 1981

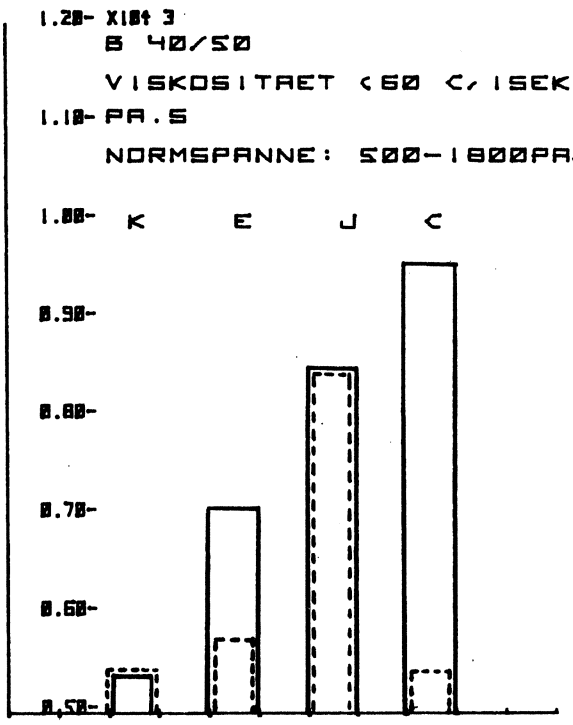
ANLIEFERUNG AUFGEARBEITET IN TOLUOL ABB. 18



FA 7/77 RUECKGEWINNUNG VON BINDEMITTELN AUS BIT. BELAEGEN : 2. PROBELAUF MAERZ 1981

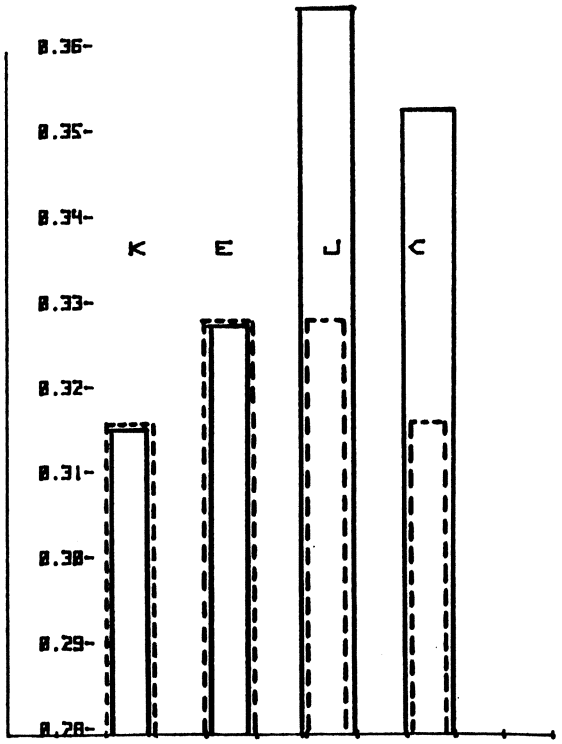
ANLIEFERUNG AUFGEARBEITET IN TOLUOL ABB. 19



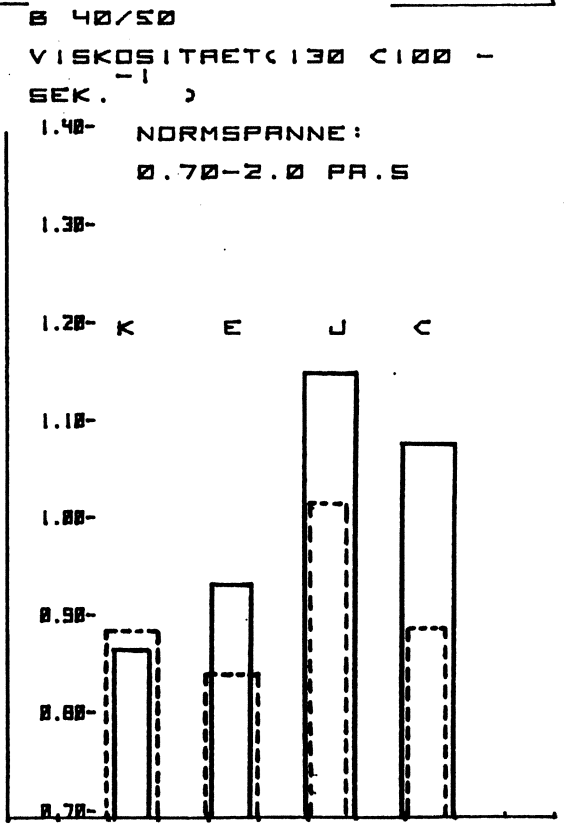


FA 7/77 RUECKGEWINNUNG VON BINDEMITTELN AUS BIT. BELAEGEN : 2. PROBELAUF MAERZ 1981

ANLIEFERUNG AUFGEARBEITET IN TOLUOL ABB. 20



B 180/220
VISKOSITAET<130 C/100 SEK.$^{-1}$>
NORMSPANN: 0.17-0.34 PA.S



Zusammenstellung Nr. 3

B 60/70	Dyn. Viskosität 60°	130°	EP R+K	EPM	Pen (25°)
Originalzustand	417 Pa.s	0.82 Pa.s	53.0°C	54.0°C	62 1/10 mm
Aufarbeitung:					
Sumpftemperatur 135°C	371 Pa.s	0.80 Pa.s	51.0°C	53.4°C	67 1/10 mm
Oelbadtemperatur 140°C	455 Pa.s	0.78 Pa.s	54.0°C	55.4°C	58 1/10 mm
Druck 30 Torr	423 Pa.s	0.84 Pa.s	52.5°C	54.8°C	61 1/10 mm
Dest. Zeit 20 Min.					
Mittelwert Versuch 1-3	416 Pa.s	0.81 Pa.s	52.5°C	54.5°C	62 1/10 mm

B 120/150	Dyn. Viskosität 60°	130°	EP R+K	EPM	Pen (25°)
Originalzustand	88.6 Pa.s	0.42 Pa.s	44.0°C	45.4°C	135 1/10 mm
Aufarbeitung:					
Sumpftemperatur 135°C	102.8 Pa.s	0.47 Pa.s	44.0°C	46.4°C	120 1/10 mm
Oelbadtemperatur 140°C	77.6 Pa.s	0.37 Pa.s	42.0°C	44.5°C	145 1/10 mm
Druck 30 Torr	73.8 Pa.s	0.35 Pa.s	42.0°C	43.3°C	151 1/10 mm
Dest. Zeit 20 Min.	84.3 Pa.s	0.38 Pa.s	43.0°C	44.0°C	139 1/10 mm
Mittelwert Versuch 1-4	84.6 Pa.s	0.38 Pa.s	42.7°C	44.5°C	139 1/10 mm

Zusammenstellung Nr. 4

TB 2000	Dyn. Viskosität 60°	130°	EP R+K	EPM	Pen (25°)
Originalzustand	238 Pa.s	0.50 Pa.s	49.0°C	50.7°C	75 1/10 mm
Aufarbeitung:					
Sumpftemperatur 135°C	238 Pa.s	0.52 Pa.s	49.0°C	51.0°C	75 1/10 mm
Oelbadtemperatur 140°C	243 Pa.s	0.53 Pa.s	49.0°C	52.0°C	70 1/10 mm
Druck 30 Torr	222 Pa.s	0.52 Pa.s	49.0°C	52.0°C	73 1/10 mm
Dest. Zeit 20 Min.	232 Pa.s	0.52 Pa.s	49.0°C	51.7°C	71 1/10 mm
Mittelwert Versuch 1-4	234 Pa.s	0.52 Pa.s	49.0°C	51.7°C	72 1/10 mm

TB 200/500	Dyn. Viskosität 60°	130°	EP R+K	EPM	Pen (25°)
Originalzustand	41.7 Pa.s	0.26 Pa.s	41.0°C	42.0°C	176 1/10 mm
Aufarbeitung:					
Sumpftemperatur 135°C	40.2 Pa.s	0.25 Pa.s	40.0°C	40.8°C	201 1/10 mm
Oelbadtemperatur 140°C	38.8 Pas.	0.23 Pa.s	38.5°C	40.1°C	191 1/10 mm
Druck 30 Torr	39.3 Pa.s	0.24 Pa.s	39.0°C	40.5°C	189 1/10 mm
Dest. Zeit 20 Min.	38.7 Pa.s	0.23 Pa.s	38.0°C	40.0°C	195 1/10 mm
Mittelwert Versuch 1-4	39.2 Pa.s	0.24 Pa.s	38.9°C	40.3°C	194 1/10 mm

FORSCHUNGSAUFTRAG 7/77

RUECKGEWINNUNG VON BINDEMITTEL AUS BITUMINOESEN BELAEGEN

2. TEIL : RINGVERSUCH

1. Zweck und Ziel Ringversuch

Das im ersten Teil des Forschungsauftrages erarbeitete Laborverfahren zur schonenden Rückgewinnung von Bindemittel aus Lösungen ist auf Genauigkeit und Uebereinstimmung zu prüfen.

Die Durchführung der geplanten Arbeiten erfordert ein Mehrstufenprogramm.

Stufe 1: Erfassen der wesentlichen Kriterien, die möglicherweise die Prüfergebnisse (Viskosität) beeinflussen

Das Ausgangsmaterial Bitumen B oder Teerbitumen TB sind grundsätzlich als homogen zu beurteilen. Zur Bestimmung der rheologischen Kenndaten dieser Bindemittel eignen sich die Prüfverfahren für Viskosität, Penetration, Brechpunkt nach Fraass, Erweichungspunkt R+K).

Die Gesamtmenge des Ausgangsmaterials (Bindemittel Bitumen oder Teerbitumen) besitzt bezüglich der untersuchten Kenndaten den Mittelwert μ. Als Folge der Homogenität des Ausgangsmaterials ist z.B. die Viskosität für jeden Probeteil gleich. Aufgrund der Probeteilung des Ausgangsmaterials in die für die verschiedenen Labors bestimmten Probeteile ist daher eine probeteilbedingte Zufallsabweichung auszuschliessen. Dies trifft z.B. bei einem Ausgangsmaterial bestehend aus Mischgut nicht zu, da in diesem Fall "herstellungs- und probeteilbedingte" Schwankungen zwischen den Probeteilen zu berücksichtigen sind.

Die Prüfergebnisse bei Ausgangsmaterialien wie Bitumen oder Teerbitumen sind vorwiegend mit messverfahrenbedingten Abweichungen behaftet. Diese messverfahrenbedingten Abweichungen setzen sich aus verschiedenen Anteilen zusammen, auf die im folgenden näher eingegangen wird.

1.1. Zufallabweichung im Labor

Beim mehrmaligen Durchführen von Messungen am selben Messobjekt vom gleichen Laboranten mit dem gleichen Messgeräten, in einem bestimmten Labor, nach einem genau festgelegten Messverfahren, liegen Wiederholmessungen vor. Die Varianz der so entstandenen Messwerte ist die Wiederholvarianz σ_r^2.

1.2. Verschiedenheit der Labors

Die Labors unterscheiden sich hinsichtlich der Messgeräte, Laboranten, der bei der Messung aufgewendeten Sorgfalt, Umwelteinflüsse usw. Wenn in verschiedenen Labors am identischen Material nach einer für alle Labor gleichlautenden Messvorschrift Messwerte bestimmt werden, so liegen Vergleichsmessungen vor. Die Varianz dieser Messwerte ist die Vergleichsvarianz. Sie setzt sich aus 2 Anteilen, der Wiederholvarianz und der "Varianz σ_ℓ^2 zwischen den Labors" zusammen. Ein Messwert unter Vergleichsbedingungen hat die Varianz: $\sigma_R^2 = \sigma_\ell^2 + \sigma_r^2$ (Vergleichsvarianz).

Stufe II : Aufstellung des varianzanalytischen Modells

Mit den erhaltenen Prüfergebnissen ist für die Gruppe der untersuchten materialspezifischen Eigenschaften, unter Berücksichtigung der jeweils wirkenden Einflussgrössen, ein varianzanalytisches Modell aufzustellen.

Gesucht wird die Zerlegung der Gesamtvarianz (= Vergleichsvarianz) in die diesen Einflussgrössen entsprechenden Anteile. Die Varianzanalyse wird zur Abschätzung der Grössenordnung der σ_ℓ^2 - und σ_r^2 -Zufallskomponenten herangezogen.

Die Bedeutung derartiger Varianzanalysen wird aus der unten angeführten Begründung verständlich. Eine Verringerung der Gesamtvarianz, d.h. einer Verbesserung der durch das Messverfahren erzielten Genauigkeit, ist nur möglich bei Kenntnis der einzelnen Abweichungen aus denen sich die Gesamtvarianz zusammensetzt. Es wäre nicht sinnvoll, mit aufwendigen Mitteln den kleinsten Anteil an der Gesamtvarianz zu verringern, weil dadurch die Gesamtvarianz nur unwesentlich herabgesetzt wird, wenn gleichzeitig die grossen Anteile an der Gesamtvarianz unbeeinflusst bleiben.

Die Auswertung der Varianzanalyse erfolgt nach dem "Modell der einfachen Zerlegung mit Zufallskomponenten" (vgl. [1]):

Gegeben sind die $\ell \cdot m$ Messwerte x_{ij} ; $i = 1 \ldots \ell$; $j = 1 \ldots m$, wobei ℓ die Zahl der in die Abweichung einbezogenen Labors und m die Zahl der Einzelversuche (= Probeteile) bedeutet.

Die Prüfergebnisse werden entsprechend dieser Darstellung so aufgeschrieben, dass in der allgemeinen Form eine Matrize mit ℓ Linien und m Spalten entsteht:

Labor Nr.	Messwerte ($m \times \ell$ Matrize)	Mittelwerte	Varianzen
1	$x_{11} \cdots x_{1j} \cdots x_{1m}$	$\bar{x}_1$	s_1^2
$\vdots$	$\vdots \quad \vdots \quad \vdots$	$\vdots$	$\vdots$
i	$x_{i1} \cdots x_{ij} \cdots x_{im}$	$\bar{x}_i$	s_i^2
$\vdots$	$\vdots \quad \vdots \quad \vdots$	$\vdots$	$\vdots$
ℓ	$x_{\ell 1} \cdots x_{\ell j} \cdots x_{\ell m}$	$\bar{x}_\ell$	s_ℓ^2
		$\bar{\bar{x}} = \frac{1}{\ell} \sum_{i=1}^{\ell} \bar{x}_i$	

Es werden nur aus den x_{ij} folgende Grössen gebildet:

$$\bar{x}_i = \frac{1}{m} \cdot \sum_{j=1}^{m} x_{ij} \qquad i = 1 \ldots \ell$$

<u>Mittelwert</u> aus den m einzelnen Messwerten im Labor i

$$\bar{\bar{x}} = \frac{1}{\ell} \sum_{i=1}^{\ell} \bar{x}_i = \frac{1}{\ell \cdot m} \sum_{i=1}^{\ell} \sum_{j=1}^{m} x_{ij}$$

<u>Gesamtmittelwert</u> aller Messwerte aus allen Labors

$$s_i^2 = \frac{1}{m-1} \sum_{j=1}^{m} (x_{ij} - \bar{x}_i)^2$$

<u>Varianz der Messwerte an den Einzelversuchen im Labor i</u>

$$q_{(m)} = \sum_{i=1}^{\ell} \sum_{j=1}^{m} (x_{ij} - \bar{x}_i)^2 = \sum_{i=1}^{\ell} (m-1) s_i^2$$

sog. <u>"Summe der quadrierten Abweichungen"</u> (abgekürzt: S.d.q.A.) <u>innerhalb der Labors</u>

$$q_{(\ell)} = \sum_{i=1}^{\ell} \sum_{j=1}^{m} (\bar{x}_i - \bar{\bar{x}})^2 = m \cdot \sum_{i=1}^{\ell} (\bar{x}_i - \bar{\bar{x}})^2$$

sog. <u>S.d.q.A. zwischen den Labors</u>

Schliesslich lässt sich noch die S.d.q.A. <u>insgesamt</u> bilden:

$$q = \sum_{i=1}^{\ell} \sum_{j=1}^{m} (x_{ij} - \bar{\bar{x}})^2$$

Summiert man zunächst über j von 1 bis m, so erhält man:

$$q = \sum_{i=1}^{\ell} \sum_{j=1}^{m} \left[(x_{ij} - \bar{x}_i) + (\bar{x}_i - \bar{\bar{x}}) \right]^2$$

$$= \sum_{i=1}^{\ell} \sum_{j=1}^{m} \left((x_{ij} - \bar{x}_i)^2 + 2(x_{ij} - \bar{x}_i)(\bar{x}_i - \bar{\bar{x}}) + (\bar{x}_i - \bar{\bar{x}})^2 \right)$$

$$= \sum_{i=1}^{\ell} \left(\sum_{j=1}^{m} (x_{ij} - \bar{x}_i)^2 + m (\bar{x}_i - \bar{\bar{x}})^2 \right) \quad \text{da} \quad \sum_{j=1}^{m} (x_{ij} - \bar{x}_i) = 0$$

Summiert man dann über i von 1 bis ℓ, so erhält man:

$$q = \sum_{i=1}^{\ell} \sum_{j=1}^{m} (x_{ij} - \bar{x}_i)^2 + \sum_{i=1}^{\ell} m \cdot (\bar{x}_i - \bar{\bar{x}})^2 = q_{(m)} + q_{(\ell)}$$

Für diese S.d.q.A. insgesamt gilt die obige Gleichung, die sogenannte Zerlegungsgleichung der S.d.q.A.

Dividiert man die S.d.q.A. $q_{(m)}$ und $q_{(\ell)}$ durch ihre zugeordneten Freiheitsgrade (abgekürzt: FG), so erhält man die Stichprobenvarianzen (auch Durchschnittsquadrate genannt), wie aus nachfolgender Tabelle ersichtlich ist.

(1)	(2)	
S.d.q.A.	zugehöriger FG	Quotient (1) / (2)
$q_{(m)}$	$(m-1)\cdot l = f_m$	$S^2_{(m)} = q_{(m)} / l\cdot(m-1)$
$q_{(l)}$	$l-1 = f_l$	$S^2_{(l)} = q_{(l)} / (l-1)$
q	$l\cdot m-1 = f$	-

Aus den berechneten Durchschnittsquadraten lassen sich aufgrund des gebildeten varianzanalytischen Modells folgende Schätzwerte für die Modellparameter (Mittelwert μ, Wiederholvarianz σ^2_r, Vergleichsvarianz σ^2_R bilden:

Schätzwert	geschätzter Parameter
$\bar{\bar{x}}$	μ
$S^2_{(m)} = q_{(m)} / l\cdot(m-1)$	σ^2_n
$S^2_{(l)} = q_{(l)} / (l-1)$	$m\cdot\sigma^2_l + \sigma^2_n$

Zu schätzen sind nicht die in der rechten Spalte angegebenen Kombinationen der Varianzen, sondern jede der Varianzen einzeln für sich; diese Aufgabe lässt sich dank der verhältnissmässig sehr einfachen Gestaltung des verwendeten Modells wie folgt lösen:

$$\sigma^2_R = \sigma^2_l + \sigma^2_n \qquad \sigma^2_l \Leftarrow \frac{1}{m}\cdot\left(S^2_{(l)} - S^2_{(m)}\right)$$

$$\sigma^2_n \Leftarrow S^2_{(m)} \qquad \sigma^2_R \Leftarrow \frac{1}{m}\cdot\left(S^2_{(l)} + (m-1)\cdot S^2_{(m)}\right)$$

Diese Schätzwerte für μ, σ_r^2, σ_ℓ^2, σ_R^2 sind in übersichtlicher Form in der nachstehende Tabelle zusammengefasst. Folglich sind folgende Werte zu ermitteln:

1. Für jede Prüfstelle getrennt:

$$\bar{x}_i \,,\quad s_i^2 \,,\quad s_i$$

2. Gesamthaft:

$$\bar{\bar{x}} \,,\quad q_{(m)} \,,\quad q_{(\ell)} \,,\quad s_{(m)}^2 \,,\quad s_{(m)} \,,\quad s_{(\ell)}^2 \,,\quad s_{(\ell)}$$

$$\frac{1}{m}\cdot\left(s_{(\ell)}^2 - s_{(m)}^2\right) \,,\quad \sqrt{\frac{1}{m}\cdot\left(s_{(\ell)}^2 - s_{(m)}^2\right)}$$

$$\frac{1}{m}\cdot\left(s_{(\ell)}^2 + (m-1)\cdot s_{(m)}^2\right) \,,\quad \sqrt{\frac{1}{m}\cdot\left(s_{(\ell)}^2 + (m-1)\, s_{(m)}^2\right)}$$

<u>Bemerkung:</u> Die Durchschnittsquadrate $S^2(\ell)$ und $S^2(m)$ werden häufig als Datenmaterial zur Berechnung der Vertrauensbereiche für die Modellparameter oder zur Berechnung einer bestimmten Prüfgrösse beim Ablauf eines statistischen Tests herangezogen.

Schätzwert	geschätzter Parameter
$\bar{\bar{x}}$	μ
$s_{(m)}^2$	σ_r^2
$\frac{1}{m}\cdot\left(s_{(\ell)}^2 - s_{(m)}^2\right)$	σ_ℓ^2
$\frac{1}{m}\cdot\left(s_{(\ell)}^2 + (m-1)\cdot s_{(m)}^2\right)$	σ_R^2

Stufe III : Durchführung des Ringversuches

Die Aufstellung des Modells und die Planung des Ringversuches bestimmen Organisation, Vorbereitung und Durchführung der vorgesehenen Arbeiten entsprechend den festgelegten Arbeitsweisen und Laborverfahren.

Die Auswertung der Messdaten erfolgt mit Hilfe der beschriebenen Rechenschemata.

Dabei ist zu berücksichtigen, dass bei der Festlegung der Versuchsplanung vorrangig Mittelwerte und Streuungen der Kenndaten interessieren.

ANHANG III : RINGVERSUCH

(3. PROBELAUF OKTOBER 1986 - JUNI 1987)

FA 7/77 RUECKGEWINNUNG VON BINDEMITTEL AUS BITUMINOESEN BELAEGEN ZU PRUEFZWECKEN (3. PROBELAUF, OKTOBER 1986 - JUNI 1987)

18. Ziel und Zweck Ringversuche

Die bisherigen Ringversuche (Probelauf 1-3, Anzahl Prüfstellen 4) sind durch einen weiteren Ringversuch mit 11 Prüfstellen zu erweitern.

Die Bestimmungen der rheologischen Kenndaten am rückgewonnenen Bindemittel sind zur "besseren" Trennung der messtechnischen von den verfahrensbedingten Fehlern (Rückgewinnung) von derselben Prüfstellen durchzuführen.

Die Menge des im Destillationskolben vorliegenden Prüfgutes ist auf 200 g (bisher 100 - 125 g) erhöht werden.

Die Massenänderung vor und nach der Aufarbeitung (Massenbilanz) ist möglichst genau zu ermitteln.

19. Prüfstellen

Am Probelauf 3 beteiligten sich 11 Prüfstellen, welche mit den Bezeichnungen: A, B, C, D, E, F, G, H, I, J und K codiert wurden.

20. Auswahl der Bindemittel

Als Bindemittel wurden in Probelauf 3 des Ringversuches folgende Bitumensorten einbezogen:

B 60/70
B 80/100

Bindemitteleinwaage: 200 g

21. Auswahl der Lösungsmittel

Als Lösungsmittel wurde Toluol verwendet.

22. Untersuchung der Eigenschaften des Bindemittels

Vor und nach Rückgewinnung sollten folgende Kenndaten des Bindemittels untersucht werden (4 Einzelbestimmungen pro Kennwert):

Penetration (25°C)
Erweichungspunkt R+K
Dynamische Viskosität bei 60°C und 130°C

23. Aufwand bei den einzelnen Prüfstellen

Von der Prüfstelle J erhielten die anderen 10 Prüfstellen 8 Büchsen mit je 200 g eingewogenen Bindemittel B 80/100 (4 Proben) und B 60/70 (4 Proben), als Laborverfahren eine Arbeitsvorschrift vom 27.04.1984, Formulare für Arbeitsprotokolle sowie 8 birnenförmige Destillationskolben von 1 l Inhalt. Die Arbeitsweise wurde wie folgt festgelegt:

23.1. Die Bitumenproben werden bis zur Verarbeitung in gut verschlossenen Büchsen aufbewahrt.

23.2. Im Zeitpunkt der geplanten Verarbeitung sind die einzelnen Büchsen mit Inhalt (m_E + Tara) auf 100 mg genau zu wägen.

Anschliessend ist dem bereits auf 200 g ± 0.5 g eingewogenen Bindemittel als Lösungsmittel Toluol zuzugeben. Vor Zugabe des Lösungsmittels werden Bitumen in Büchse und Lösemittel separat auf 50°C - 70°C aufgewärmt. Unter Rühren erfolgt portionenweise die Zugabe von 600 ml Toluol zum Inhalt der Büchse. Das Rühren wird fortgesetzt bis alles Bindemittel aufgelöst ist. Nach Auflösen des Bindemittels muss die Bitumenlösung sogleich, unmittelbar danach oder spätestens am selben Tag aufgearbeitet werden.

23.3. Nach Tarieren des Destillationskolben (inkl. Stopfen, ohne Klammer) wird die Bitumenlösung nach Arbeitsvorschrift, Punkt 4.1., in den Destillationskolben eingefüllt und unter den dort vorgeschriebenen Bedingungen eingeengt.

Die leere trockene Büchse wird anschliessend austariert und die Einwaage m_E berechnet.

23.4. Nach diesem Arbeitsgang ist als nächste Arbeitsstufe das Isolieren gemäss Punkt 4.2. der Arbeitsvorschrift sorgfältig durchzuführen.

23.5. Nach Durchführung dieser Stufe wird der Kolben aus der Badflüssigkeit entfernt. Der Kolben wird nach leichtem Abkühlen zunächst von aussen anhaftendem Oel befreit; Oelreste werden zweckmässigerweise mit einem mit Lösemittel getränkten Tuch vollständig entfernt.

23.6. Der Kolben wird im Exsikkator während 90 ± 5 Min. auf Raumtemperatur 18°C - 28°C abgekühlt. Anschliessend wird die Masse des Kolbeninhaltes auf 100 mg bestimmt (Auswaage m_A).

Die Massenänderung wird nach der folgenden Zahlenwertgleichung in Masse-% errechnet.

$$\text{Relative Massenänderung} = \frac{m_A - m_E}{m_E} \times 100$$

Ein positiver Wert ist als "relative Massenzunahme", ein negativer Wert als "relative Massenabnahme" anzugeben.

23.7. Die nach dieser Arbeitsweise behandelte Probe wird anschliessend an die Prüfstelle K zurückgesandt, welche die vorgesehenen Untersuchungen am rückgewonnenen sowie am Originalbitumen durchführt.

24. Erläuterungen zu Prüfergebnissen aus dem 3. Ringversuch

24.1. Bestimmung der Masseänderung

Für die Masseänderung am aufgearbeiteten Bindemittel lieferten nur 4 Prüfstellen die nach Arbeitsvorschrift geforderten Werte, während von den anderen Prüfstellen keine auswertbaren Ergebnisse erhalten wurden.

Tabelle 5 : Masseänderung nach Aufarbeitung in Toluol
(relative Werte in Masse-%)

	B 60/70			
Prüfstelle A	+ 0.20	+ 0.15	+ 0.45	+ 0.15
Prüfstelle B	+ 0.50	+ 0.50	+ 0.40	+ 0.40
Prüfstelle F	+ 0.48	+ 0.49	+ 0.43	+ 0.44
Prüfstelle J	+ 0.17	+ 0.23	+ 0.19	+ 0.14

	B 80/100			
Prüfstelle A	-	+ 0.25	+ 0.40	+ 0.10
Prüfstelle B	+ 0.50	+ 0.35	+ 0.30	+ 0.50
Prüfstelle F	+ 0.27	+ 0.43	+ 0.18	+ 0.15
Prüfstelle J	+ 0.18	+ 0.23	+ 0.33	+ 0.27

Aus dieser Zusammenstellung ist zu entnehmen:

- Bei den 4 Laboratorien wird übereinstimmend eine positive Masseänderung gefunden, welche im Gesamtdurchschnitt + 0.33 Masse-% bei B 60/70, bzw. + 0.30 Masse-% bei B 80/100 beträgt. Diese relativ hohen Werte der Masseänderung weisen eindeutig auf das Vorhandensein von Lösungsmittelresten im wiedergewonnenen Bindemittel hin. Die Ursache könnte darin liegen, dass die relativ hohe Bindemittelmenge von 200 g im rotierenden Kolben wesentlich verschärfte Destillationsbedingungen erforderlich machen würde als bei Einwaagen von 100 - 125 g, wie dies bei vorangegangenen Ringuntersuchungen üblich war.

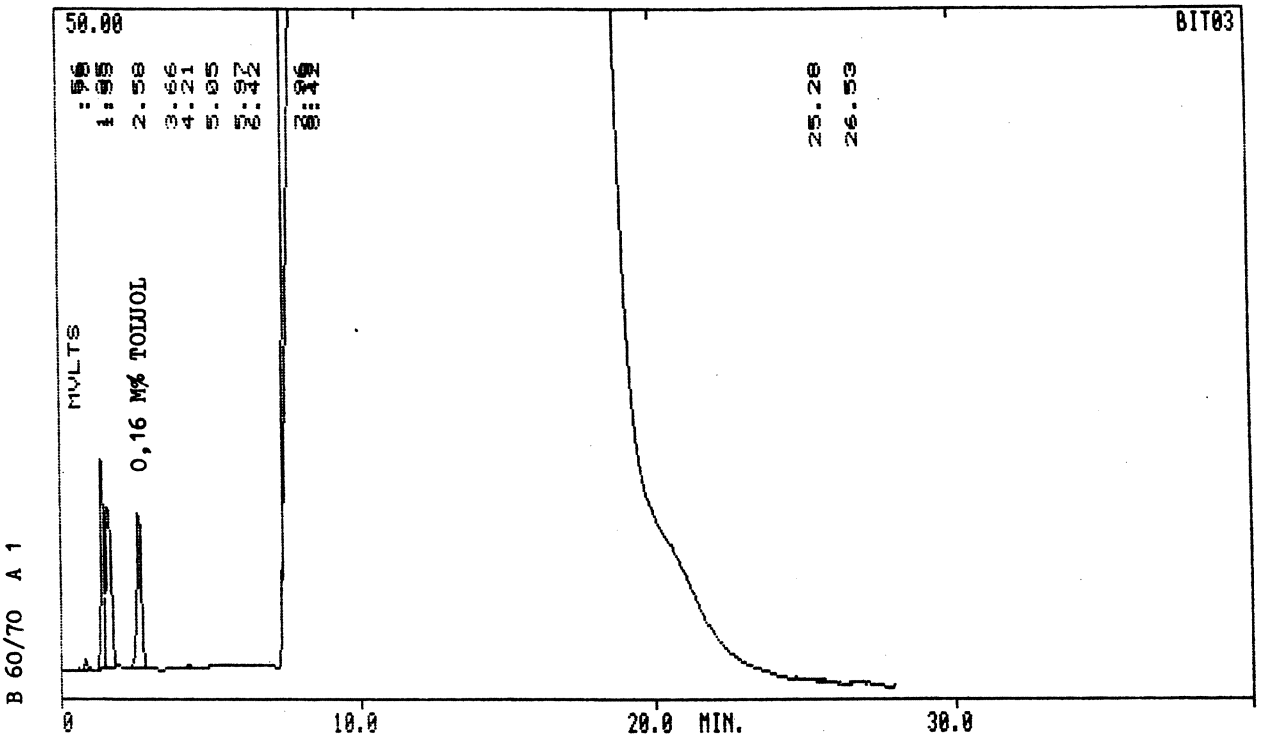
Der Einfluss von Lösungsmittelresten auf die Viskositätseigenschaften des wiedergewonnenen Bindemittels wird in den Abschnitten 24.3. und 24.4. ausführlich behandelt.

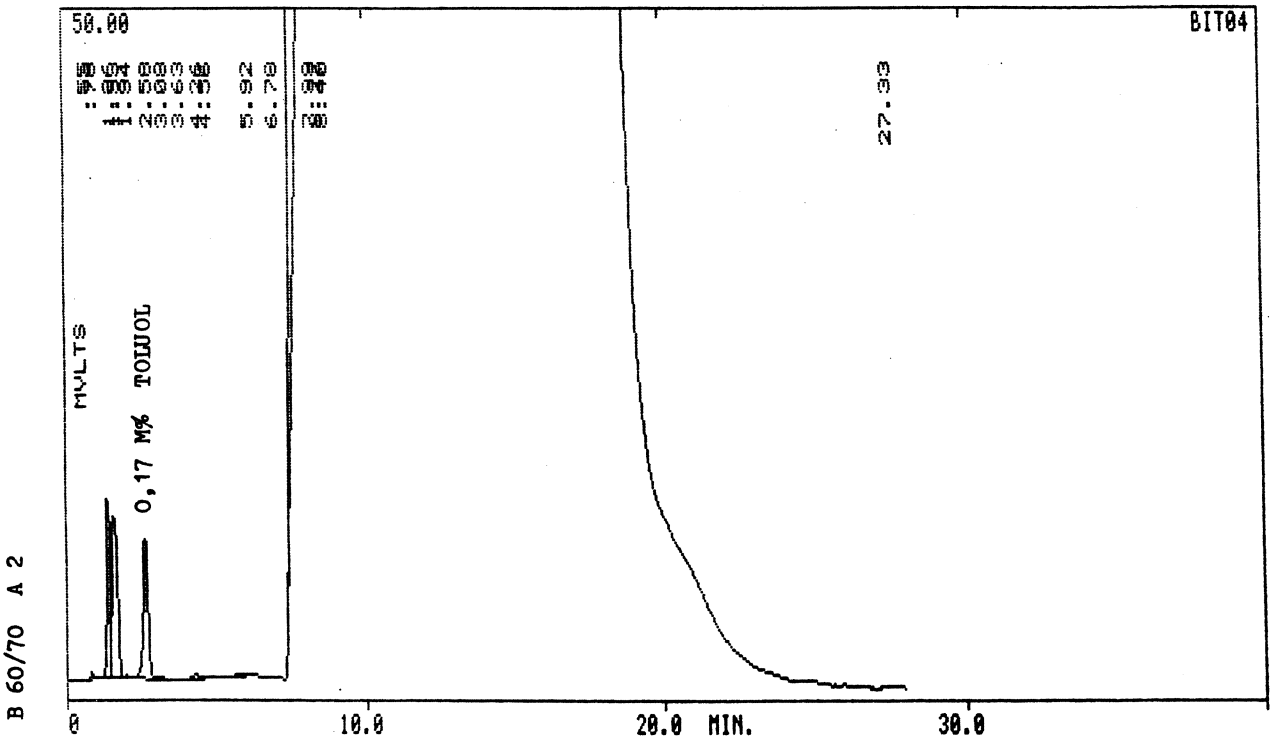
24.2. Quantitative Bestimmung von Toluol-Resten mit Hilfe der HPLC-Methode

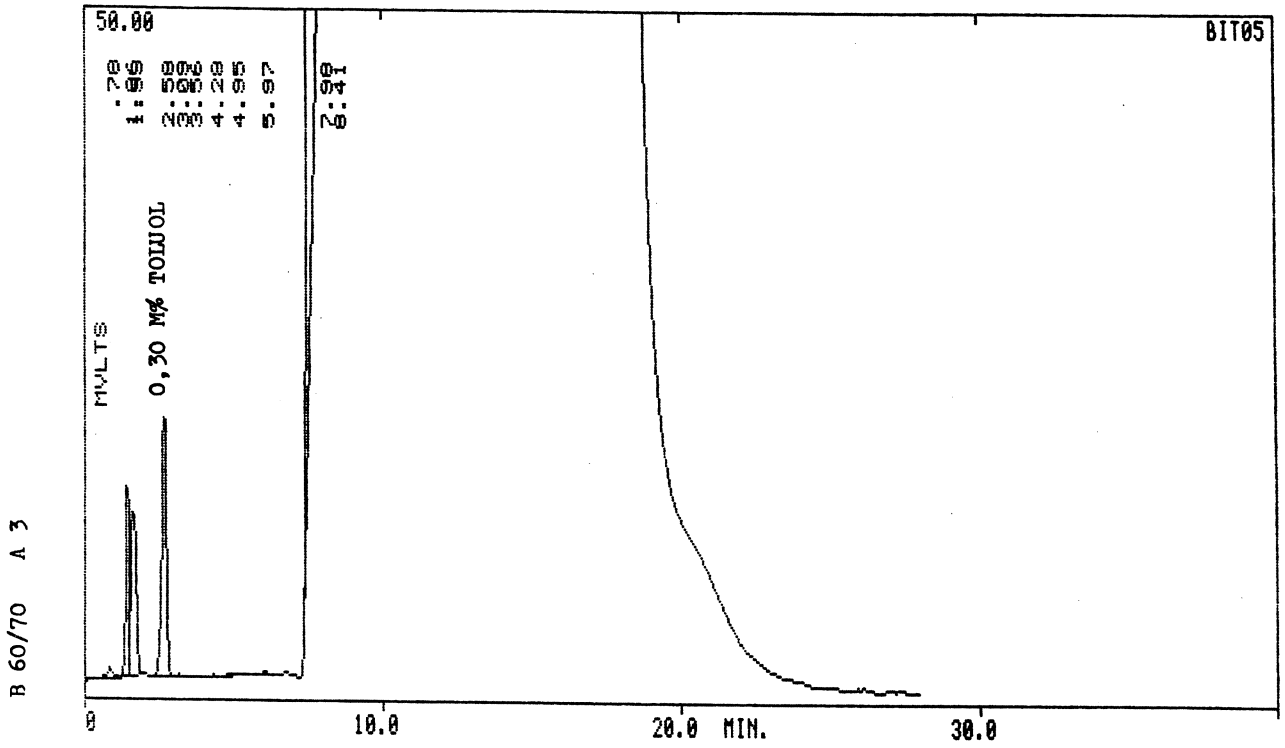
Im Rahmen der Untersuchungen zur Bestimmung der Masseänderung wurde an den von den Prüfstellen A und F bearbeiteten Bitumenproben mittels Hochdruckflüssigchromatographie HPLC die analytische Erfassung vorhandener Lösungsmittelreste durchgeführt. In Tabelle 6 ist eine Uebersicht der Resultate über die nach der Peak-Höhe und Peak-Integration ausgewerteten Doppelbestimmungen (siehe die beiliegenden Flüssigchromatogramme, Seite 105 - 108) enthalten.

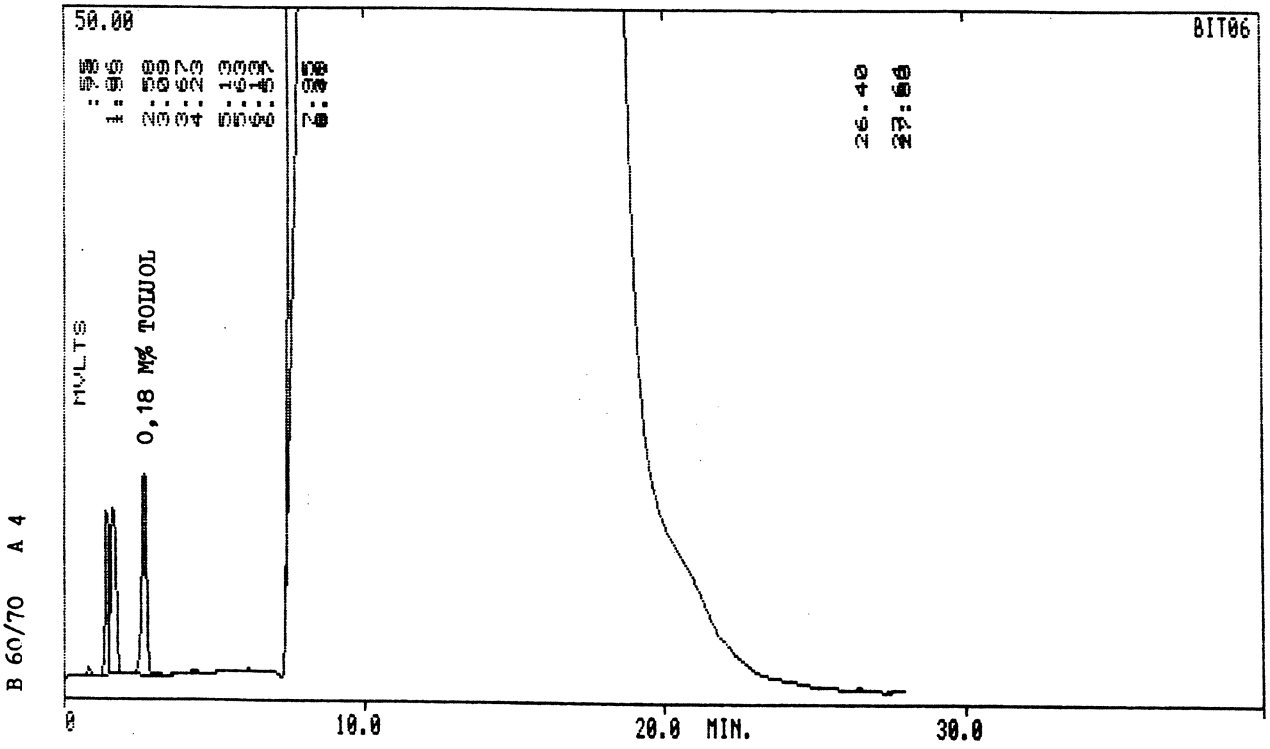
Tabelle 6 : Toluol-Gehalt in Bitumenproben nach Aufarbeitung in Toluol (in Masse-%)

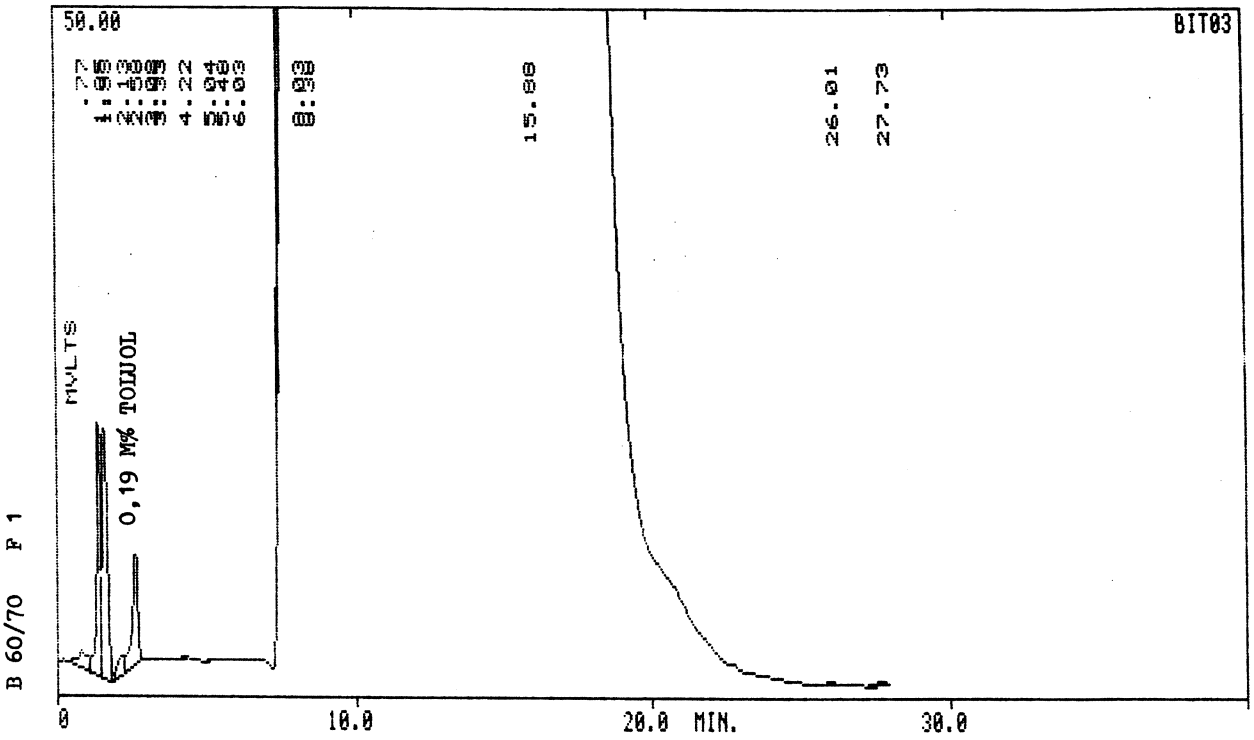
	B 60/70	
Prüfstelle A	Höhe	Integrator
Proben A 1	0.15 / 0.18	0.14 / 0.17
Proben A 2	0.17 / 0.17	0.17 / 0.16
Proben A 3	0.28 / 0.32	0.28 / 0.31
Proben A 4	0.18 / 0.19	0.18 / 0.19
Prüfstelle F		
Proben F 1	0.17 / 0.19	0.20 / 0.21
Proben F 2	0.27 / 0.29	0.31 / 0.30
Proben F 3	0.22 / 0.23	0.23 / 0.24
Proben F 4	0.21 / 0.23	0.24 / 0.23

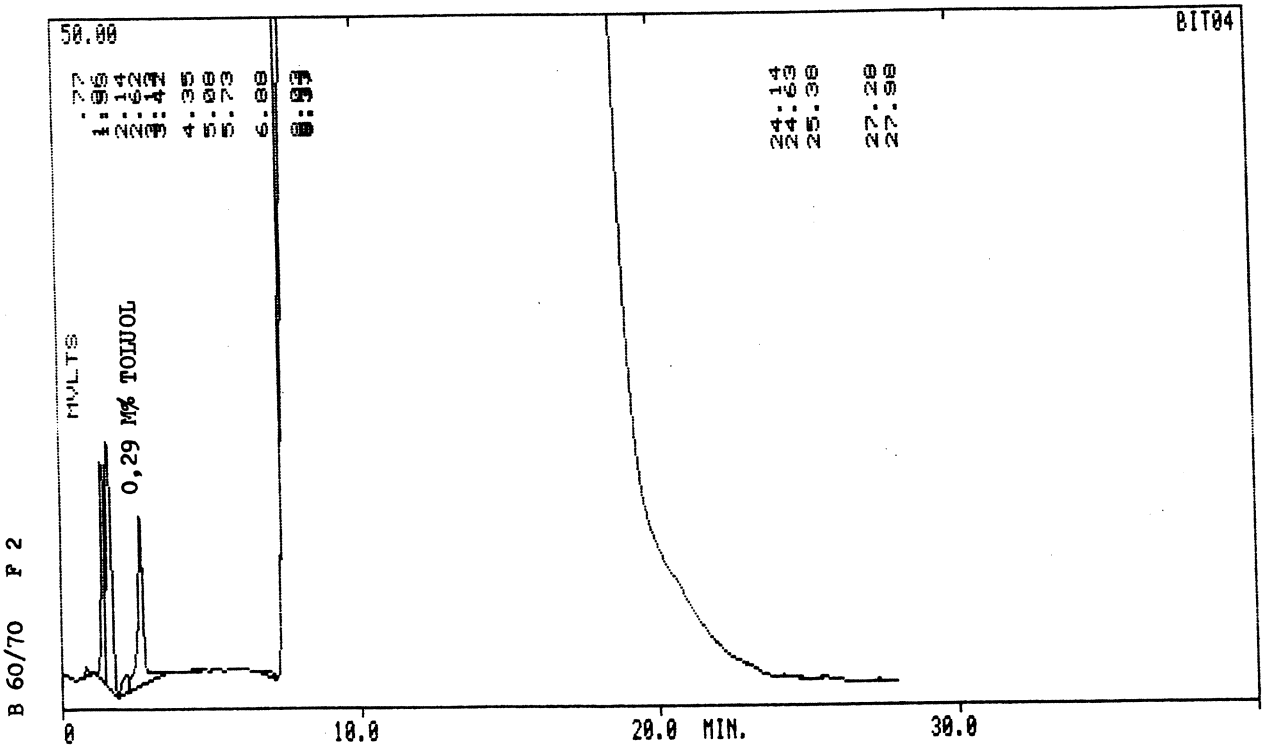

50.00
BIT03
MVLTS
0,16 M% TOLUOL
25.28
26.53
B 60/70 A 1
0
10.0
20.0 MIN.
30.0

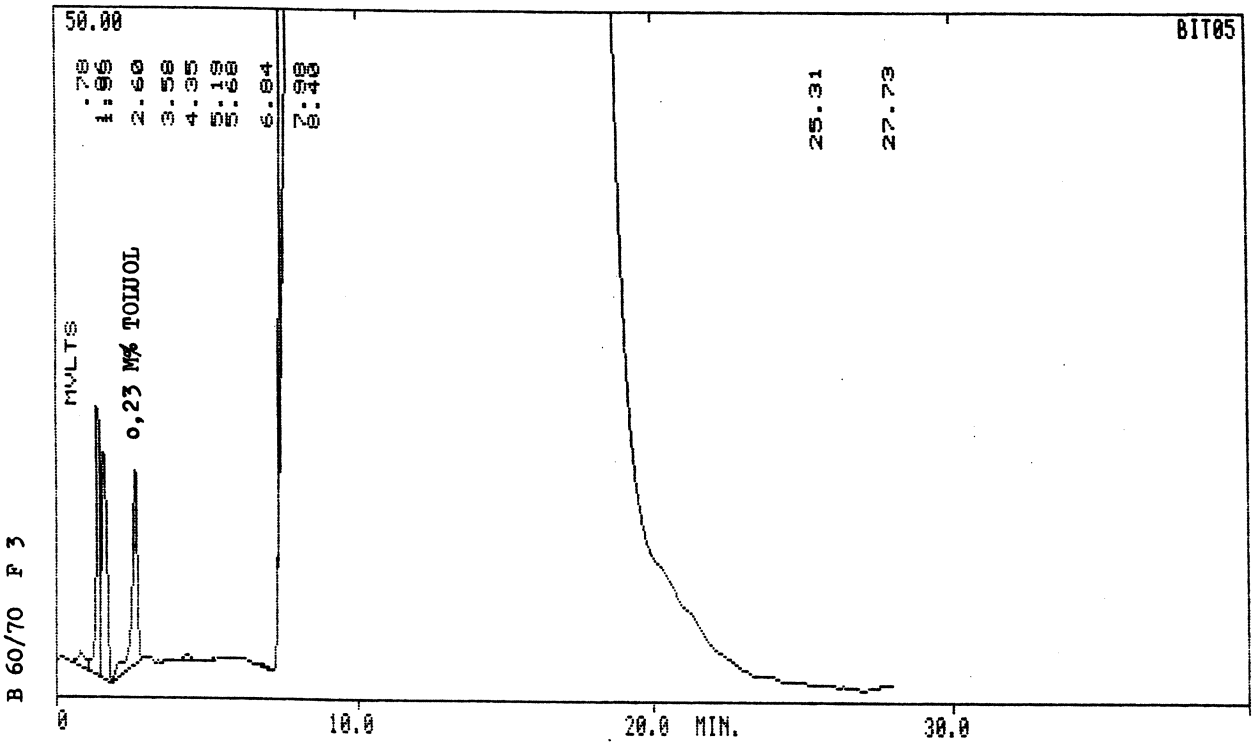

50.00
BIT04
MVLTS
0,17 M% TOLUOL
27.33
B 60/70 A 2
0
10.0
20.0 MIN.
30.0

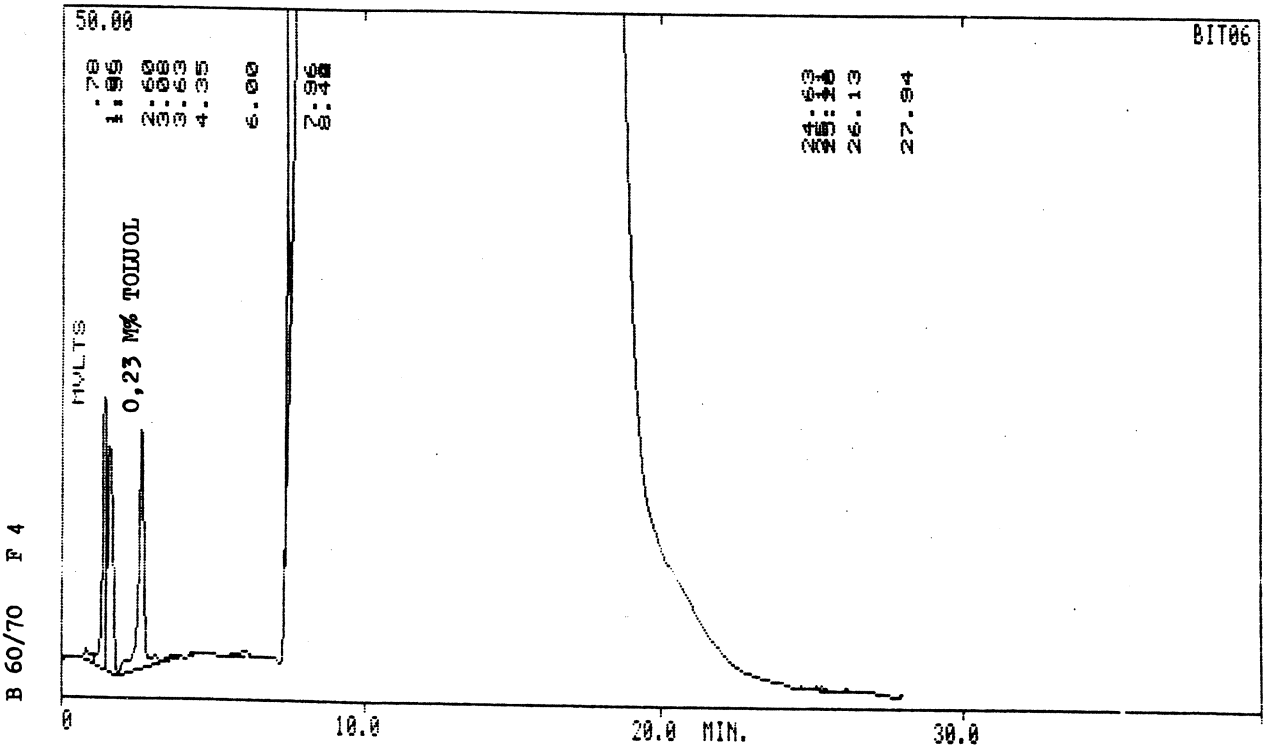

50.00
BIT05
MVLTS
0,30 M% TOLUOL
B 60/70 A 3
0
10.0
20.0 MIN.
30.0


50.00
BIT06
MVLTS
0,18 M% TOLUOL
26.40
B 60/70 A 4
0
10.0
20.0 MIN.
30.0

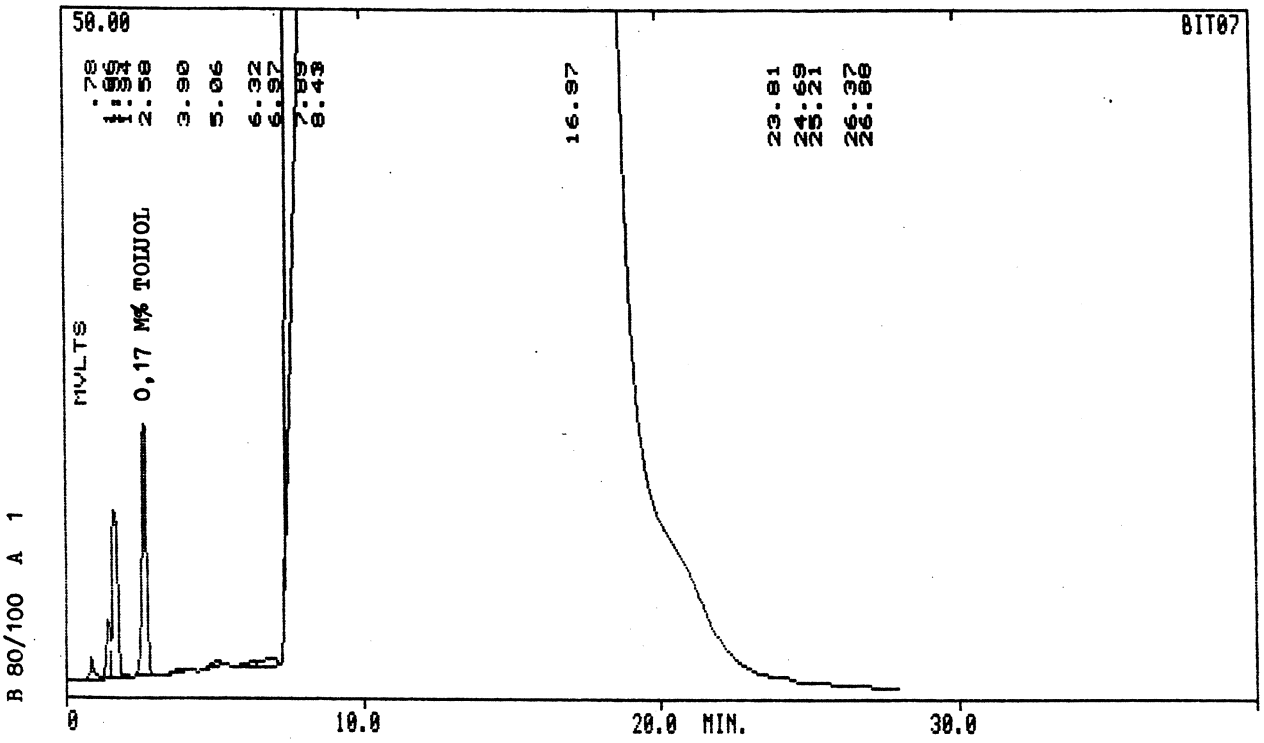

50.00
BIT03
MVLTS
0,19 M% TOLUOL
15.00
26.01
27.79
B 60/70 P 1
0
10.0
20.0 MIN.
30.0

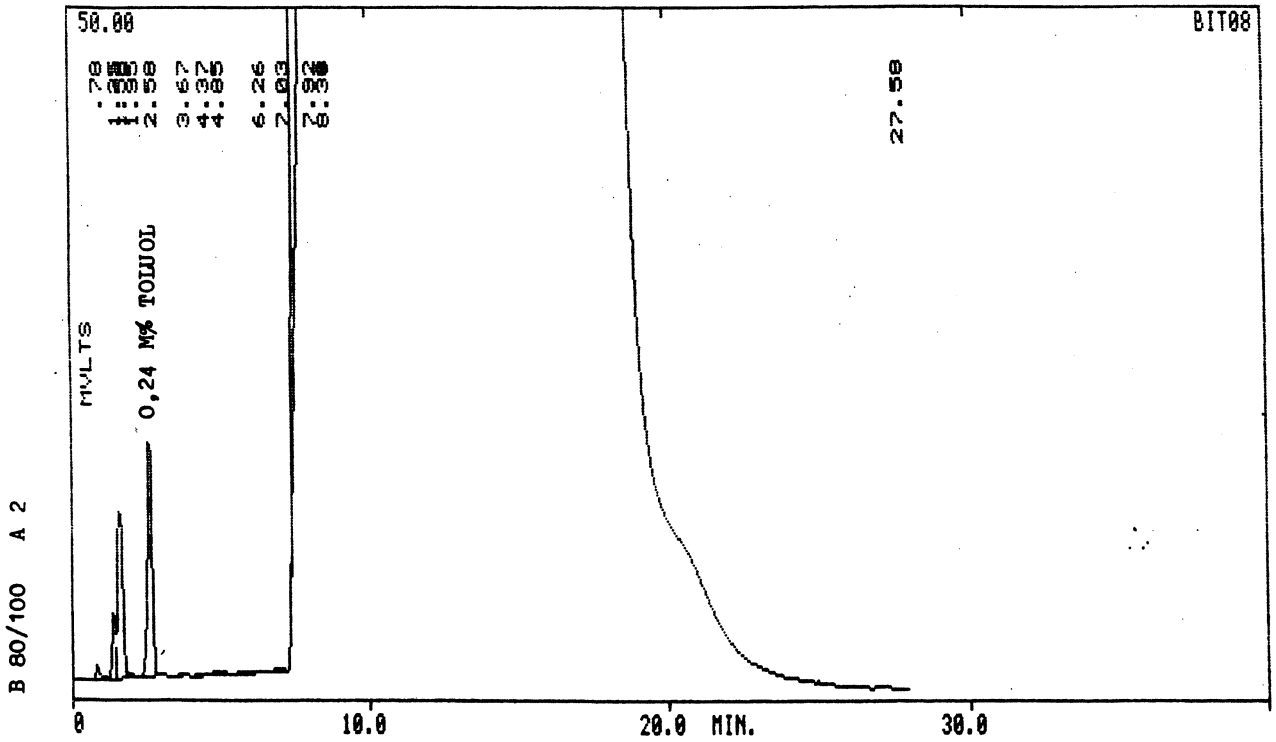

50.00
BIT04
MVLTS
0,29 M% TOLUOL
B 60/70 P 2
0
10.0
20.0 MIN.
30.0

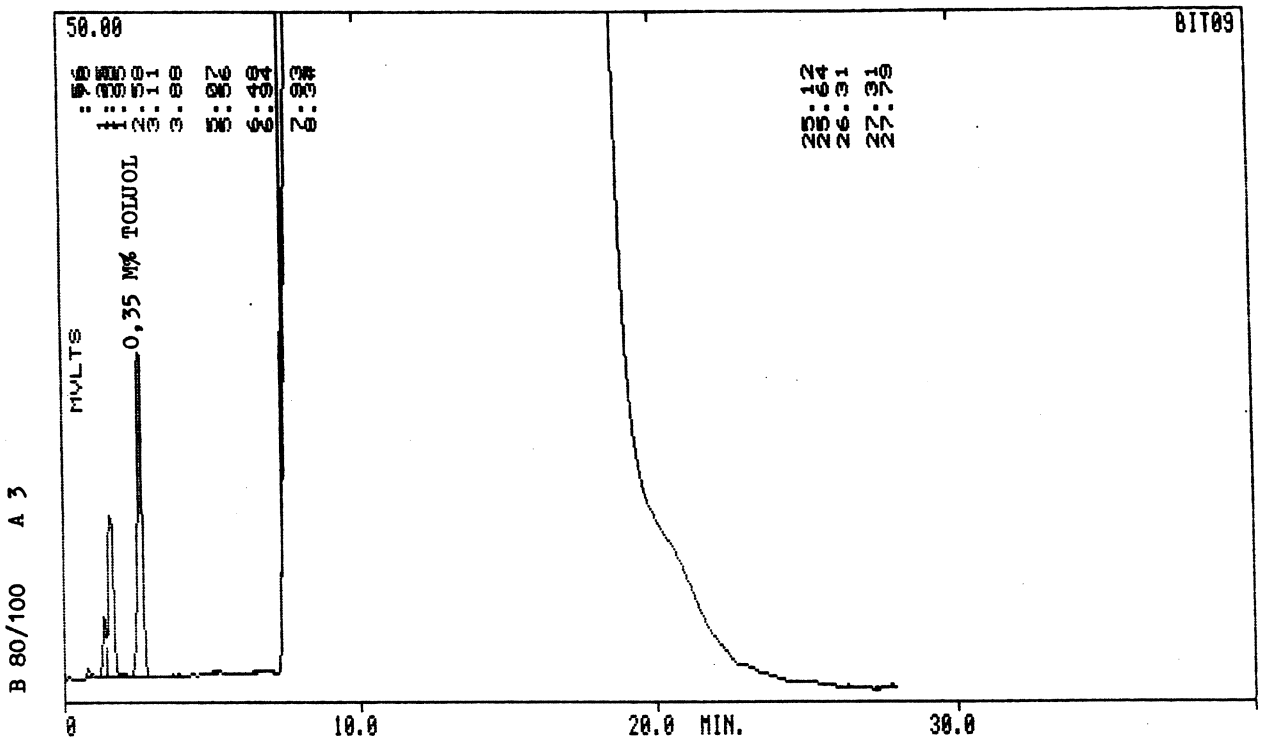

B 60/70 F 3
50.00
BIT05
MULTS
0,23 M% TOIUOL
.78
1.96
2.60
3.58
4.35
5.19
5.68
6.84
7.98
8.49
25.31
27.79
0
10.0
20.0 MIN.
30.0

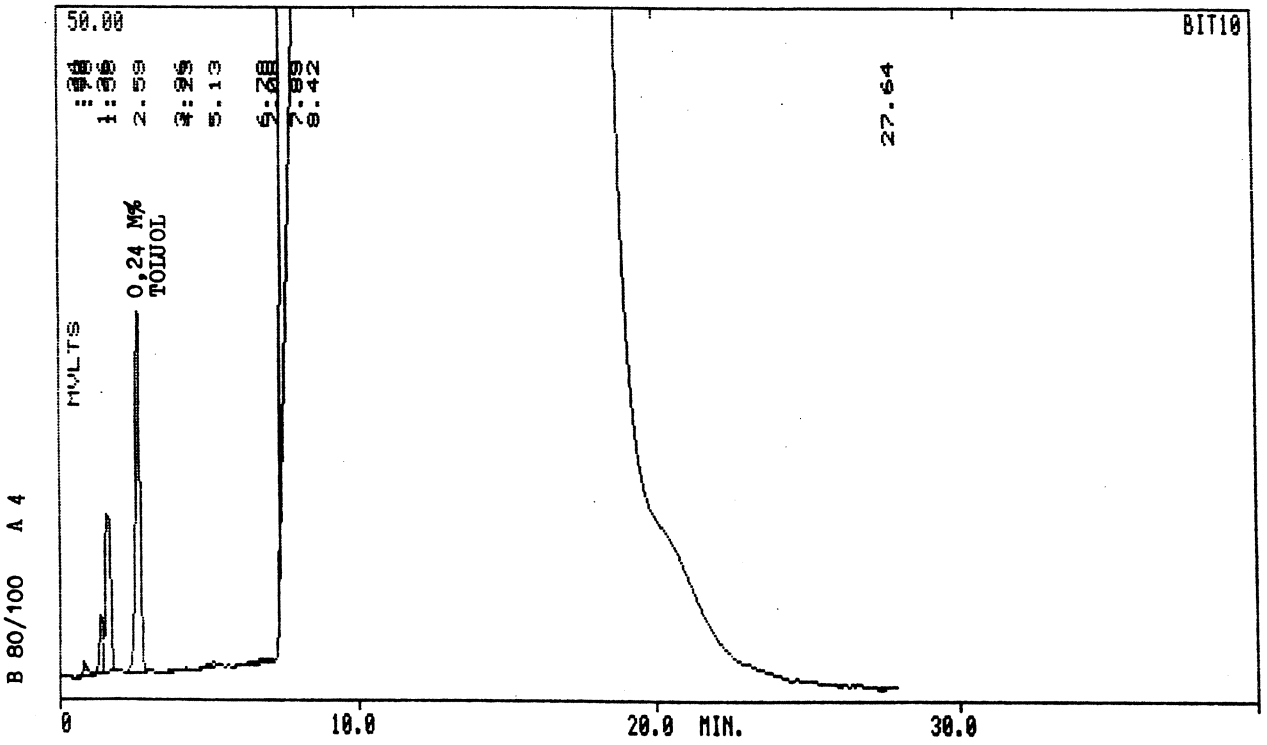

B 60/70 F 4
50.00
BIT06
MULTS
0,23 M% TOIUOL
.78
1.96
2.60
3.63
4.35
6.00
7.96
8.48
24.63
25.18
26.13
27.84
0
10.0
20.0 MIN.
30.0

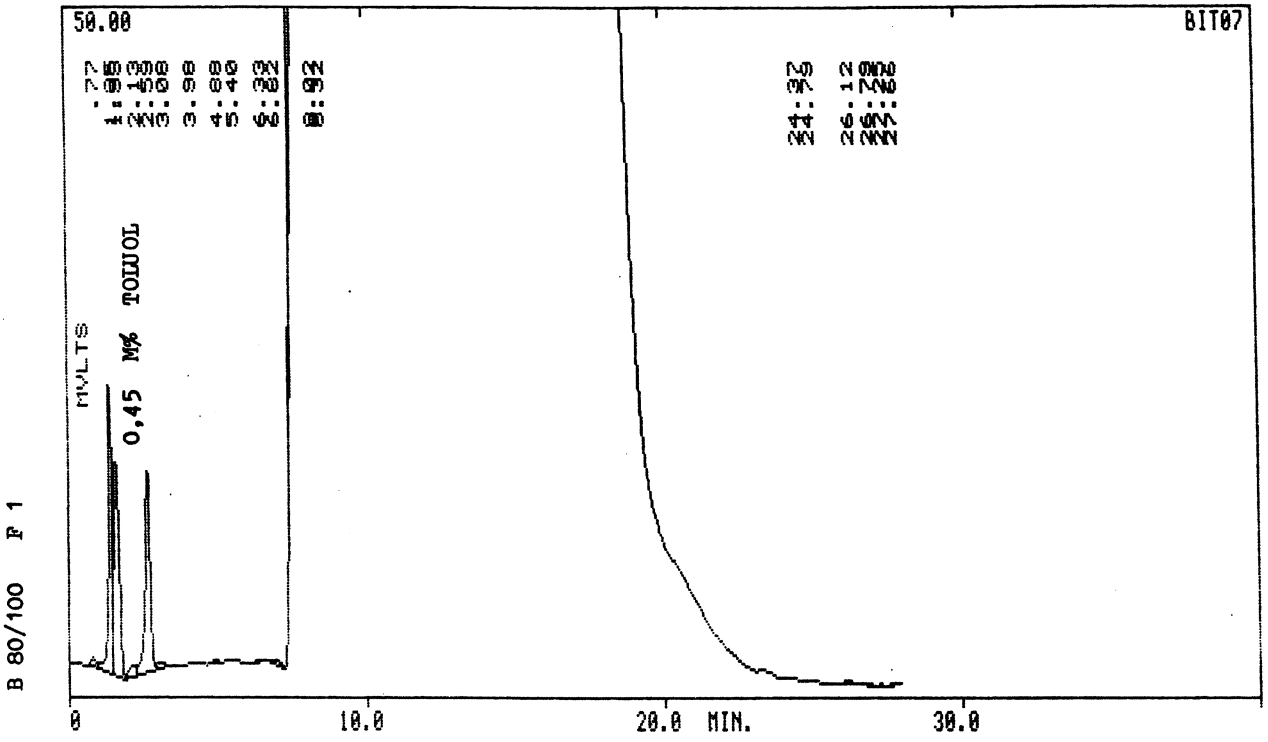
	B 80/100	
Prüfstelle A	Höhe	Integrator
Proben A 1	0.15 / 0.18	0.15 / 0.20
Proben A 2	0.22 / 0.26	0.22 / 0.25
Proben A 3	0.33 / 0.38	0.34 / 0.37
Proben A 4	0.23 / 0.25	0.23 / 0.24
Prüfstelle F		
Proben F 1	0.48 / 0.42	0.46 / 0.46
Proben F 2	0.36 / 0.35	0.38 / 0.38
Proben F 3	0.33 / 0.33	0.36 / 0.37
Proben F 4	0.27 / 0.31	0.33 / 0.29

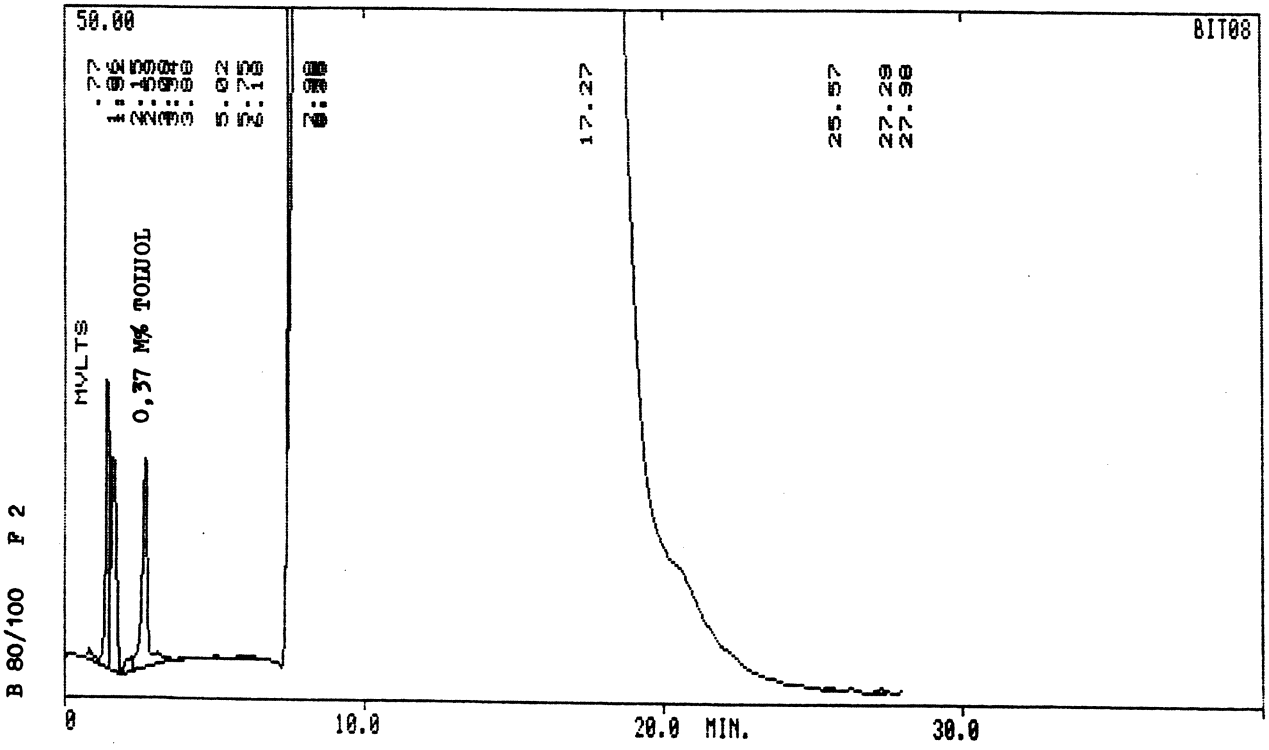

50.00
BIT07
MVLTS
0,17 M% TOLUOL
16.97
0
10.0
20.0 MIN.
30.0
B 80/100 A 1

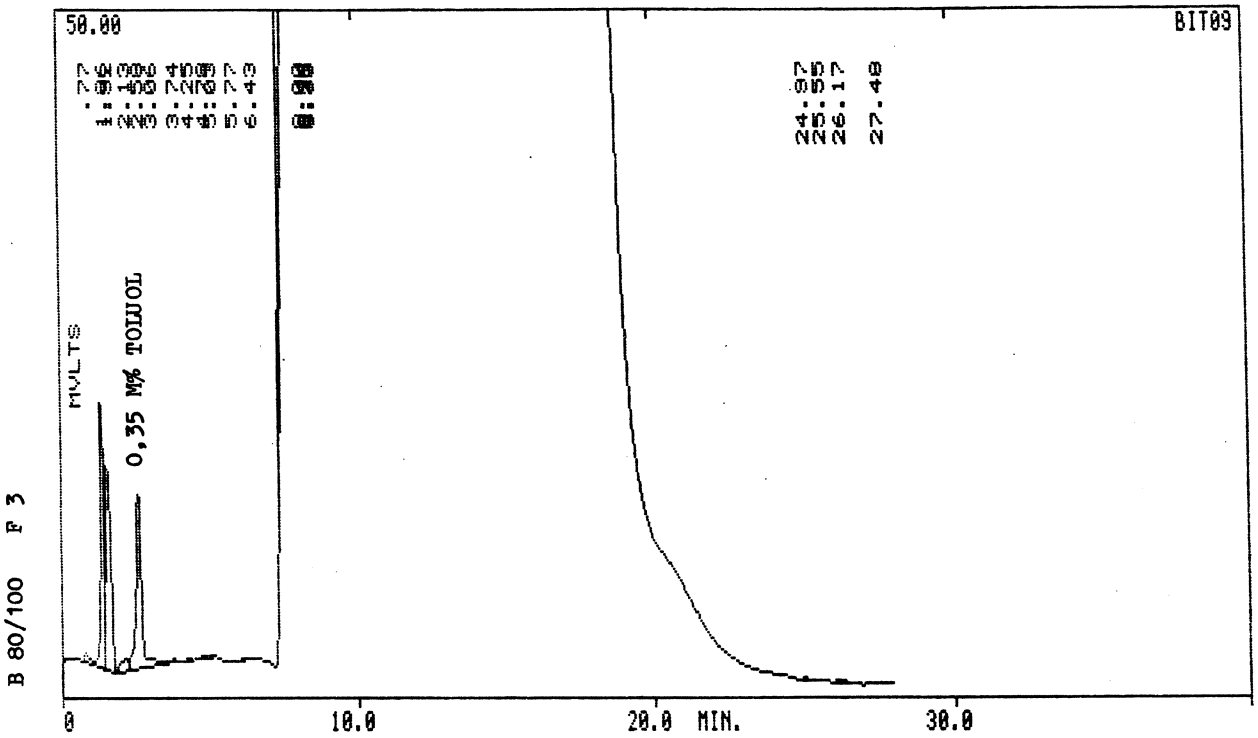

50.00
BIT08
MVLTS
0,24 M% TOLUOL
27.58
0
10.0
20.0 MIN.
30.0
B 80/100 A 2

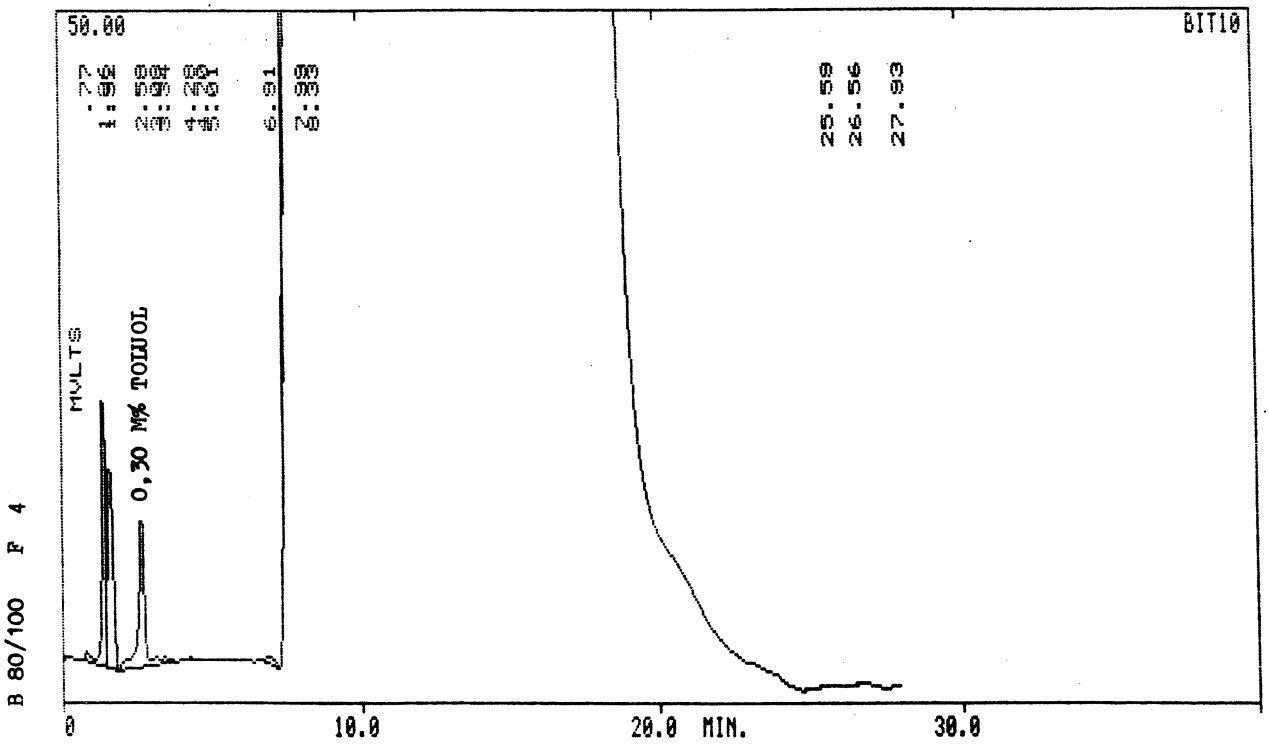

50.00
BIT09
MVLTS
0,35 M% TOLUOL
B 80/100 A 3
0
10.0
20.0 MIN.
30.0


50.00
BIT10
MVLTS
0,24 M%
TOLUOL
27.64
B 80/100 A 4
0
10.0
20.0 MIN.
30.0


50.00
BIT07
MVLTS
0,45 M% TOLUOL
B 80/100 F 1
0
10.0
20.0 MIN.
30.0


50.00
BIT08
MVLTS
0,37 M% TOLUOL
B 80/100 F 2
0
10.0
20.0 MIN.
30.0


50.00
BIT09
MVLTS
0,35 M% TOLUOL
B 80/100 F 3
0
10.0
20.0 MIN.
30.0


50.00
BIT10
MVLTS
0,30 M% TOLUOL
B 80/100 F 4
0
10.0
20.0 MIN.
30.0

Bei zusammengefassten Werten der Peak-Höhe bzw. Integrations-Berechnung ergab die statistische Auswertung der aufgeführten Einzelwerte für die jeweiligen Prüfstellen A und F die folgenden Mittelwerte und Standardabweichungen:

Tabelle 7 : Statistische Auswertung der Toluol-Gehalte in 16 Bitumenproben

Prüfstelle	Bitumensorte	$\overline{X}$	S	$\frac{S}{X}$ x 100
A	B 80/100	0.250	0.0712	28.5 %
A	B 60/70	0.202	0.0588	29.1 %
F	B 80/100	0.367	0.0613	16.7 %
F	B 60/70	0.236	0.0393	16.7 %

Die Tabelle 7 lässt aufgrund der übereinstimmenden Resultate der beteiligten Prüfstellen erkennen,

- dass das vollständige Austreiben von Lösungsmittelresten bei den angewendeten Destillationsbedingungen bei relativ "weichen" Bitumensorten wie B 80/100 heikler ist als bei relativ "harten" Bitumensorten wie B 60/70.

- dass die beteiligten Prüfstellen mit unterschiedlicher Sorgfalt gearbeitet haben, was bei den zugehörigen Variationskoeffizienten zum Ausdruck kommt.

- dass die Toluol-Restgehalte ca. 0.20 - 0.25 Masse-% bei B 60/70, bzw. 0.25 - 0.35 Masse-% bei B 80/100 betragen.
  Diese Werte sind aufgrund heutiger Erkenntnisse als zu gross zu beurteilen.

24.3. Aenderung der konventionellen Konsistenzdaten

Ueblicherweise werden nach der Rückgewinnung die konventionellen Konsistenzdaten bestimmt.

Für die vorliegende Untersuchung wurden neben Erweichungspunkt, Penetration auch die dynamische Viskosität bei 60°C und 130°C bestimmt.

Die Versuchsergebnisse sind in den Tabellen (Seite 116 - 121) den Werten der Ausgangsbindemittel gegenübergestellt.

RUECKGEWINNUNG VON BINDEMITTEL AUS BITUMINOESEN BELAEGEN
(3. RINGVERSUCH 1986/87)

B 60/70 und B 80/100 : Konsistenz- und Viskositätseigenschaften im Originalzustand (T.Q.) und nach Aufarbeitung im Toluol

Prüfstelle: A

B 60/70	Pen. (25 °C) 1/10 mm	EP R + K °C	Dyn.Visk. 60 °C 1 Sek.$^{-1}$	Dyn.Visk. 130 °C 100 Sek.$^{-1}$
T.Q.	60	49.5	493.00 Pa.s	0.83 Pa.s
A 1	55	48.5	423.68 Pa.s	0.83 Pa.s
A 2	59	48.0	417.06 Pa.s	0.83 Pa.s
A 3	65	47.1	350.86 Pa.s	0.76 Pa.s
A 4	61	47.5	370.72 Pa.s	0.79 Pa.s
Mittelwert	60.0	47.8	390.58 Pa.s	0.8025 Pa.s
Standardabw.	4.16	0.61	35.43	0.0032
Variations-koeffizient	14.4 %	1.3 %	9.1 %	4.0 %

B 80/100	Pen. (25 °C) 1/10 mm	EP R + K °C	Dyn.Visk. 60 °C 1 Sek.$^{-1}$	Dyn.Visk. 130 °C 100 Sek.$^{-1}$
T.Q.	89	43.9	212.00 Pa.s	0.52 Pa.s
A 5	95	43.4	152.26 Pa.s	0.53 Pa.s
A 6	96	42.7	139.02 Pa.s	0.49 Pa.s
A 7	106	42.4	125.78 Pa.s	0.46 Pa.s
A 8	104	42.7	139.02 Pa.s	0.49 Pa.s
Mittelwert	100.3	42.8	139.02 Pa.s	0.4925 Pa.s
Standardabw.	5.56	0.42	10.61	0.029
Variations-koeffizient	5.5 %	1.0 %	7.6 %	5.9 %

Datum: 31. Juli 1987

RUECKGEWINNUNG VON BINDEMITTEL AUS BITUMINOESEN BELAEGEN
(3. RINGVERSUCH 1986/87)

B 60/70 und B 80/100 vor Aufarbeitung in Toluol

Prüfstelle: Strassenbaulabor STIA
Postfach

4133 Pratteln

B 60/70	Pen. (25 °C) 1/10 mm	EP R + K °C	Dyn.Visk. 60 °C 1 Sek.$^{-1}$	Dyn.Visk. 130 °C 100 Sek.$^{-1}$
K 5	58	49.2	529.6 Pa.s	0.83 Pa.s
K 6	59	48.6	556.1 Pa.s	0.89 Pa.s
K 7	61	50.0	423.7 Pa.s	0.76 Pa.s
K 8	61	50.0	463.4 Pa.s	0.86 Pa.s
Mittelwert	59.75	49.5	493.2 Pa.s	0.835 Pa.s
Standardabw.	1.50	0.68	60.55	0.0557
Variations-koeffizient	2.5 %	1.4 %	12.2 %	6.7 %

B 80/100	Pen. (25 °C) 1/10 mm	EP R + K °C	Dyn.Visk. 60 °C 1 Sek.$^{-1}$	Dyn.Visk. 130 °C 100 Sek.$^{-1}$
K 5	87	44.5	238.2 Pa.s	0.56 Pa.s
K 6	94	43.3	218.5 Pa.s	0.50 Pa.s
K 7	85	44.7	205.2 Pa.s	0.53 Pa.s
K 8	90	43.4	185.4 Pa.s	0.50 Pa.s
Mittelwert	89	43.9	211.8 Pa.s	0.5225 Pa.s
Standardabw.	3.91	0.7274	22.33	0.0287
Variations-koeffizient	4.4 %	1.6 %	10.5 %	5.5 %

Datum: 31. Juli 1987

RUECKGEWINNUNG VON BINDEMITTEL AUS BITUMINOESEN BELAEGEN
(3. RINGVERSUCH 1986/87)

B 60/70 und B 80/100 : Konsistenz- und Viskositätseigenschaften im Originalzustand (T.Q.) und nach Aufarbeitung im Toluol

Prüfstelle: C

B 60/70	Pen. (25 °C) 1/10 mm	EP R + K °C	Dyn.Visk. 60 °C 1 Sek.$^{-1}$	Dyn.Visk. 130 °C 100 Sek.$^{-1}$
T.Q.	60	49.5	493 00 Pa.s	0.83 Pa.s
C 1	57	49.8	476.64 Pa.s	0.83 Pa.s
C 2	58	49.3	218.46 Pa.s	0.63 Pa.s
C 3	58	49.9	417.06 Pa.s	0.76 Pa.s
C 4	58	48.6	172.12 Pa.s	0.60 Pa.s
Mittelwert	57.75	49.4	321.07 Pa.s	0.705 Pa.s
Standardabw.	0.58	0.59	148.5	0.110
Variations-koeffizient	1.0 %	1.2 %	46.2 %	15.6 %

B 80/100	Pen. (25 °C) 1/10 mm	EP R + K °C	Dyn.Visk. 60 °C 1 Sek.$^{-1}$	Dyn.Visk. 130 °C 100 Sek.$^{-1}$
T.Q.	89	43.9	212.00 Pa.s	0.52 Pa.s
C 5	94	43.5	172.12 Pa.s	0.53 Pa.s
C 6	95	42.7	178.74 Pa.s	0.46 Pa.s
C 7	89	44.2	165.50 Pa.s	0.46 Pa.s
C 8	101	43.0	66.20 Pa.s	0.33 Pa.s
Mittelwert	94.75	43.4	145.64 Pa.s	0.445 Pa.s
Standardabw.	4.93	0.66	53.43	0.084
Variations-koeffizient	5.2 %	1.5 %	36.7 %	18.9 %

Datum: 31. Juli 1987

RUECKGEWINNUNG VON BINDEMITTEL AUS BITUMINOESEN BELAEGEN
(3. RINGVERSUCH 1986/87)

B 60/70 und B 80/100 : Konsistenz- und Viskositätseigenschaften im Originalzustand (T.Q.) und nach Aufarbeitung im Toluol

Prüfstelle: B

B 60/70	Pen. (25 °C) 1/10 mm	EP R + K °C	Dyn.Visk. 60 °C 1 Sek.$^{-1}$	Dyn.Visk. 130 °C 100 Sek.$^{-1}$
T.Q.	60	49.5	493.00 Pa.s	0.83 Pa.s
B 1	70	47.3	337.62 Pa.s	0.73 Pa.s
B 2	68	47.7	344.24 Pa.s	0.73 Pa.s
B 3	71	46.7	337.62 Pa.s	0.76 Pa.s
B 4	69	46.7	331.00 Pa.s	0.73 Pa.s
Mittelwert	69.5	47.1	337.62 Pa.s	0.7375 Pa.s
Standardabw.	1.29	0.49	5.32	0.0141
Variations-koeffizient	1.8 %	1.0 %	14.1 %	1.9 %

B 80/100	Pen. (25 °C) 1/10 mm	EP R + K °C	Dyn.Visk. 60 °C 1 Sek.$^{-1}$	Dyn.Visk. 130 °C 100 Sek.$^{-1}$
T.Q.	89	43.9	212.00 Pa.s	0.52 Pa.s
B 5	106	41.7	132.40 Pa.s	0.49 Pa.s
B 6	113	41.3	125.78 Pa.s	0.46 Pa.s
B 7	101	42.3	139.02 Pa.s	0.53 Pa.s
B 8	112	41.8	125.78 Pa.s	0.46 Pa.s
Mittelwert	108	41.8	130.75 Pa.s	0.485 Pa.s
Standardabw.	5.6	0.41	6.19	0.033
Variations-koeffizient	5.2 %	1.0 %	4.7 %	6.8 %

Datum: 31. Juli 1987

RUECKGEWINNUNG VON BINDEMITTEL AUS BITUMINOESEN BELAEGEN
(3. RINGVERSUCH 1986/87)

B 60/70 und B 80/100 : Konsistenz- und Viskositätseigenschaften im Originalzustand (T.Q.) und nach Aufarbeitung im Toluol

Prüfstelle: E

B 60/70	Pen. (25 °C) 1/10 mm	EP R + K °C	Dyn.Visk. 60 °C 1 Sek.$^{-1}$	Dyn.Visk. 130 °C 100 Sek.$^{-1}$
T.Q.	60	49.5	493.00 Pa.s	0.83 Pa.s
E 5	64	47.6	364.1 Pa.s	0.71 Pa.s
E 6	61	48.2	403.8 Pa.s	0.78 Pa.s
E 7	60	48.1	364.1 Pa.s	0.75 Pa.s
E 8	62	47.9	331.0 Pa.s	0.73 Pa.s
Mittelwert	61.8	47.95	365.75 Pa.s	0.74 Pa.s
Standardabw.	1.7078	0.2646	29.78	0.0299
Variations-koeffizient	2.8 %	0.6 %	8.1 %	4.0 %

B 80/100	Pen. (25 °C) 1/10 mm	EP R + K °C	Dyn.Visk. 60 °C 1 Sek.$^{-1}$	Dyn.Visk. 130 °C 100 Sek.$^{-1}$
T.Q.	89	43.9	212.00 Pa.s	0.52 Pa.s
E 1	91	43.2	139.02 Pa.s	0.46 Pa.s
E 2	93	43.1	134.64 Pa.s	0.46 Pa.s
E 3	92	44.0	139.92 Pa.s	0.47 Pa.s
E 4	94	43.4	129.85 Pa.s	0.45 Pa.s
Mittelwert	92.5	43.4	135.86 Pa.s	0.46 Pa.s
Standardabw.	1.2910	0.4031	4.62	0.0082
Variations-koeffizient	1.4 %	0.9 %	3.4 %	1.8 %

Datum: 31. Juli 1987

RUECKGEWINNUNG VON BINDEMITTEL AUS BITUMINOESEN BELAEGEN
(3. RINGVERSUCH 1986/87)

B 60/70 und B 80/100 : Konsistenz- und Viskositätseigenschaften im Originalzustand (T.Q.) und nach Aufarbeitung im Toluol

Prüfstelle: D

B 60/70	Pen. (25 °C) 1/10 mm	EP R + K °C	Dyn.Visk. 60 °C 1 Sek.$^{-1}$	Dyn.Visk. 130 °C 100 Sek.$^{-1}$
T.Q.	60	49.5	493.00 Pa.s	0.83 Pa.s
D 1	75	47.5	321.0 Pa.s	0.70 Pa.s
D 2	74	47.4	337.6 Pa.s	0.70 Pa.s
D 3	76	46.1	370.7 Pa.s	0.73 Pa.s
D 4	85	45.6	377.3 Pa.s	0.73 Pa.s
Mittelwert	77.5	46.7	351.65 Pa.s	0.715 Pa.s
Standardabw.	5.35	1.0	26.73	0.017
Variations-koeffizient	6.9 %	2.1%	7.6 %	2.4 %

B 80/100	Pen. (25 °C) 1/10 mm	EP R + K °C	Dyn.Visk. 60 °C 1 Sek.$^{-1}$	Dyn.Visk. 130 °C 100 Sek.$^{-1}$
T.Q.	89	43.9	212.00 Pa.s	0.52 Pa.s
D 1	124	41.8	118.8 Pa.s	0.43 Pa.s
D 2	128	41.3	132.4 Pa.s	0.43 Pa.s
D 3	136	41.5	112.5 Pa.s	0.40 Pa.s
D 4	127	41.3	112.5 Pa.s	0.46 Pa.s
Mittelwert	128.75	41.5	119.05 Pa.s	0.43 Pa.s
Standardabw.	5.13	0.24	8.96	0.025
Variations-koeffizient	4.0 %	0.6 %	7.5 %	5.8 %

Datum: 31. Juli 1987

RUECKGEWINNUNG VON BINDEMITTEL AUS BITUMINOESEN BELAEGEN
(3. RINGVERSUCH 1986/87)

B 60/70 und B 80/100 : Konsistenz- und Viskositätseigenschaften im Originalzustand (T.Q.) und nach Aufarbeitung im Toluol

Prüfstelle: H

B 60/70	Pen. (25 °C) 1/10 mm	EP R + K °C	Dyn.Visk. 60 °C 1 Sek.$^{-1}$	Dyn.Visk. 130 °C 100 Sek.$^{-1}$
T.Q.	60	49.5	493.00 Pa.s	0.84 Pa.s
H 1	62	48.6	370.72 Pa.s	0.46 Pa.s
H 2	65	47.9	271.42 Pa.s	0.83 Pa.s
H 3	56	48.2	284.66 Pa.s	0.70 Pa.s
H 4	64	46.8	291.28 Pa.s	0.79 Pa.s
Mittelwert	61.75	47.9	304.52 Pa.s	0.695 Pa.s
Standardabw.	4.04	0.68	45.12	0.166
Variations-koeffizient	6.5 %	1.4 %	14.8 %	23.9 %

B 80/100	Pen. (25 °C) 1/10 mm	EP R + K °C	Dyn.Visk. 60 °C 1 Sek.$^{-1}$	Dyn.Visk. 130 °C 100 Sek.$^{-1}$
T.Q.	89	44.0	212.00 Pa.s	0.52 Pa.s
H 1	112	41.4	112.54 Pa.s	0.43 Pa.s
H 2	116	41.0	125.78 Pa.s	0.46 Pa.s
H 3	112	41.7	185.36 Pa.s	0.794 Pa.s
H 4	124	40.6	125.78 Pa.s	0.53 Pa.s
Mittelwert	116	41.2	137.37 Pa.s	0.5535 Pa.s
Standardabw.	5.66	0.48	32.26	0.164
Variations-koeffizient	8.3 %	1.2 %	23.5 %	29.6 %

Datum: 31. Juli 1987

RUECKGEWINNUNG VON BINDEMITTEL AUS BITUMISOESEN BELAEGEN
(3. RINGVERSUCH 1986/87)

B 60/70 und B 80/100 : Konsistenz- und Viskositätseigenschaften im Originalzustand (T.Q.) und nach Aufarbeitung im Toluol

Prüfstelle: F

B 60/70	Pen. (25 °C) 1/10 mm	EP R + K °C	Dyn.Visk. 60 °C 1 Sek.$^{-1}$	Dyn.Visk. 130 °C 100 Sek.$^{-1}$
T.Q.	60	49.5	493.00 Pa.s	0.84 Pa.s
F 1	54	48.1	383.96 Pa.s	0.92 Pa.s
F 2	64	47.5	350.86 Pa.s	0.76 Pa.s
F 3	57	49.0	244.94 Pa.s	0.69 Pa.s
F 4	56	48.3	410.44 Pa.s	0.79 Pa.s
Mittelwert	57.75	48.2	347.55 Pa.s	0.79 Pa.s
Standardabw.	4.36	0.62	41.47	0.06
Variations-koeffizient	7.5 %	1.3 %	11.9 %	7.6 %

B 80/100	Pen. (25 °C) 1/10 mm	EP R + K °C	Dyn.Visk. 60 °C 1 Sek.$^{-1}$	Dyn.Visk. 130 °C 100 Sek.$^{-1}$
T.Q.	89	44.0	212. 00 Pa.s	0.52 Pa.s
F 1	127	42.4	132.40 Pa.s	0.46 Pa.s
F 2	117	42.2	139.02 Pa.s	0.53 Pa.s
F 3	121	42.2	125.78 Pa.s	0.46 Pa.s
F 4	114	42.6	145.64 Pa.s	0.49 Pa.s
Mittelwert	119.75	42.4	135.71 Pa.s	0.485 Pa.s
Standardabw.	5.23	0.20	8.66	0.033
Variations-koeffizient	4.4 %	0.5 %	6.4 %	6.8 %

Datum: 31. Juli 1987

RUECKGEWINNUNG VON BINDEMITTEL AUS BITUMINOESEN BELAEGEN
(3. RINGVERSUCH 1986/87)

B 60/70 und B 80/100 : Konsistenz- und Viskositätseigenschaften im Originalzustand (T.Q.) und nach Aufarbeitung im Toluol

Prüfstelle: J

B 60/70	Pen. (25 °C) 1/10 mm	EP R + K °C	Dyn.Visk. 60 °C 1 Sek.$^{-1}$	Dyn.Visk. 130 °C 100 Sek.$^{-1}$
T.Q.	60	49.5	493.00 Pa.s	0.83 Pa.s
J 1	55	48.8	470.02 Pa.s	0.96 Pa.s
J 2	56	48.9	278.04 Pa.s	0.73 Pa.s
J 3	55	50.1	463.40 Pa.s	0.79 Pa.s
J 4	61	47.8	370.72 Pa.s	0.83 Pa.s
Mittelwert	56.75	48.9	395.545 Pa.s	0.8275 Pa.s
Standardabw.	2.89	0.94	90.4	0.098
Variationskoeffizient	5.1 %	1.9 %	22.8 %	11.8 %

B 80/100	Pen. (25 °C) 1/10 mm	EP R + K °C	Dyn.Visk. 60 °C 1 Sek.$^{-1}$	Dyn.Visk. 130 °C 100 Sek.$^{-1}$
T.Q.	89	43.9	212.00 Pa.s	0.52 Pa.s
J 2	94	43.0	178.74 Pa.s	0.46 Pa.s
J 3	87	43.0	178.74 Pa.s	0.56 Pa.s
J 4	97	43.2	178.74 Pa.s	0.50 Pa.s
J 5	87	42.8	125.78 Pa.s	0.50 Pa.s
Mittelwert	91.25	43.0	165.50 Pa.s	0.505 Pa.s
Standardabw.	5.07	0.16	26.48	0.041
Variationskoeffizient	5.5 %	0.4 %	16.0 %	8.1 %

Datum: 31. Juli 1987

RUECKGEWINNUNG VON BINDEMITTEL AUS BITUMINOESEN BELAEGEN
(3. RINGVERSUCH 1986/87)

B 60/70 und B 80/100 : Konsistenz- und Viskositätseigenschaften im Orignialzustand (T.Q.) und nach Aufarbeitung im Toluol

Prüfstelle: I

B 60/70	Pen. (25 °C) 1/10 mm	EP R + K °C	Dyn.Visk. 60 °C 1 Sek.$^{-1}$	Dyn.Visk. 130 °C 100 Sek.$^{-1}$
T.Q.	60	49.5	493.00 Pa.s	0.83 Pa.s
I 5	63	47.7	125.78 Pa.s	0.79 Pa.s
I 6	63	47.5	344.24 Pa.s	0.83 Pa.s
I 7	68	47.5	390.58 Pa.s	0.79 Pa.s
I 8	64	48.2	317.76 Pa.s	0.73 Pa.s
Mittelwert	64.5	47.7	294.59 Pa.s	0.785 Pa.s
Standardabw.	2.38	0.33	166.49	0.04
Variationskoeffizient	3.7 %	0.7 %	56.5 %	5.1 %

B 80/100	Pen. (25 °C) 1/10 mm	EP R + K °C	Dyn.Visk. 60 °C 1 Sek.$^{-1}$	Dyn.Visk. 130 °C 100 Sek.$^{-1}$
T.Q.	89	43.9	212.00 Pa.s	0.52 Pa.s
I 5	127	41.2	125.78 Pa.s	0.43 Pa.s
I 6	128	40.7	119.16 Pa.s	0.46 Pa.s
I 7	102	42.4	158.88 Pa.s	0.46 Pa.s
I 8	114	41.2	145.64 Pa.s	0.46 Pa.s
Mittelwert	117.75	41.4	137.37 Pa.s	0.4525 Pa.s
Standardabw.	12.29	0.72	18.35	0.0141
Variationskoeffizient	10.4 %	1.7 %	13.3 %	3.1 %

Datum: 31. Juli 1987

RUECKGEWINNUNG VON BINDEMITTEl AUS BITUMINOESEN BELAEGEN
(3. RINGVERSUCH 1986/87)

B 60/70 und B 80/100 : Konsistenz- und Viskositätseigenschaften im Originalzustand (T.Q.) und nach Aufarbeitung im Toluol

Prüfstelle: K

B 60/70	Pen. (25 °C) 1/10 mm	EP R + K °C	Dyn.Visk. 60 °C 1 Sek.$^{-1}$	Dyn.Visk. 130 °C 100 Sek.$^{-1}$
T.Q.	60	49.5	493.00 Pa.s	0.83 Pa.s
K 1	71	47.9	364.1 Pa.s	0.86 Pa.s
K 2	68	47.8	358.8 Pa.s	0.69 Pa.s
K 3	69	46.6	383.9 Pa.s	0.79 Pa.s
K 4	64	46.9	377.3 Pa.s	0.69 Pa.s
Mittelwert	68	47.3	371.025 Pa.s	0.7575 Pa.s
Standardabw.	2.944	0.6481	11.58	0.0830
Variations-koeffizient	4.3 %	1.4 %	3.1 %	10.9 %

B 80/100	Pen. (25 °C) 1/10 mm	EP R + K °C	Dyn.Visk. 60 °C 1 Sek.$^{-1}$	Dyn.Visk. 130 °C 100 Sek.$^{-1}$
T.Q.	89	43.9	212.00 Pa.s	0.52 Pa.s
K 1	96	42.6	152.26 Pa.s	0.46 Pa.s
K 2	95	42.3	112.54 Pa.s	0.40 Pa.s
K 3	95	42.7	158.88 Pa.s	0.46 Pa.s
K 4	92	42.6	165.50 Pa.s	0.46 Pa.s
Mittelwert	94.5	42.6	147.30 Pa.s	0.445 Pa.s
Standardabw.	1.7321	0.1732	23.7921	0.030
Variations-koeffizient	1.8 %	0.4 %	16.1 %	6.7 %

Datum: 31. Juli 1987

Die konventionellen Konsistenzparameter zeigen nach der Aufarbeitung in Toluol unter den vorgeschriebenen Destillationsbedingungen generell eine Tendenz zur abnehmenden Viskosität.

Die Tabelle 8 gibt eine Uebersicht über die Spannbreite der bei den einzelnen Laboratorien ermittelten Bindemitteleigenschaften.

Tabelle 8 : Extrem und Mittelwerte

B 60/70	Höchstwert	Tiefstwert	Mittelwert	Bezugswert
Pen (25°C)	85 1/10 mm	54 1/10 mm	63.5 1/10 mm	60 1/10 mm
EP R+K °C	50.1 °C	45.6 °C	47.9 °C	49.5 °C
Dyn.Visk. (60°C)	476 Pa.s	125 Pa.s	348 Pa.s	493 Pa.s
Dyn.Visk. (130°C)	0.96 Pa.s	0.46 Pa.s	0.75 Pa.s	0.80 Pa.s

B 80/100	Höchstwert	Tiefstwert	Mittelwert	Bezugswert
Pen (25°C)	136 1/10 mm	87 1/10 mm	106.4 1/10 mm	89 1/10 mm
EP R+K °C	44.2 °C	40.6 °C	42.3 °C	43.9 °C
Dyn.Visk. (60°C)	185 Pa.s	66 Pa.s	139.4 Pa.s	212 Pa.s
Dyn.Visk. (130°C)	0.79 Pa.s	0.33 Pa.s	0.475 Pa.s	0.492 Pa.s

Bei beiden Bindemitteln, Bitumen B 80/100 und Bitumen B 60/70, zeigt sich eine etwa gleiche Abnahme des Erweichungspunktes von etwa 1.6°C, während die anderen Konsistenzwerte (Penetration, dynamische Viskosität) einen im Vergleich zum vorigen Kennwert überproportionalen Abfall aufweisen. Diese Diskrepanz ist besonders beim Bitumen B 80/100 ausgeprägt.

Beim Bitumen B 60/70 liegen die Aenderungen im Rahmen der in den Normen festgelegten Grenzwerte

SN 671 740a : abs. Reproduzierbarkeit $\pm \left(\frac{\text{Pen.}}{25} + 2\right)$

$\pm \left(\frac{63.5}{25} + 2\right)$

$= \pm \quad 4.5$

SN 671 743a : abs. Reproduzierbarkeit EP R+K $= \pm$ 1°C
(für 30 < EP R+K < 80)

SN 671 722a : abs. Reproduzierbarkeit dyn. Visk. = ± 15 %
= ± 0.15 x dyn. Visk. (130°C) = ± 0.15 x 0.75 = ± 0.11 Pa.s

Beim Bitumen B 80/100 sind die Aenderungen derart gross, dass die in Normen enthaltenen Anforderungen an die Reproduzierbarkeit durchgehend nicht erfüllt sind.

Aus dem Vergleich der Gesamtmittelwerte der Erweichungspunkte R+K am wiedergewonnenen und am Ausgangsbitumen ergibt sich, dass Lösungsmittelreste im isolierten Bitumen verblieben sind. Eine Anpassung der Destillationsbedingungen zum vollständigen Entfernen des Lösemittels unter Berücksichtigung der erhöhten Menge an Prüfgut im Kolben ist deshalb nicht zu umgehen.

24.4. Zusammenhang zwischen Masseänderung und Viskositätskennwerten

Eine Ueberprüfung der Abhängigkeiten zwischen Masseänderung und den gemessenen Viskositätskennwerten des aufgearbeiteten Bitumens erbrachte keinen gesicherten Zusammenhang. Die diesbezügliche Korrelationsrechnung lieferte die in Tabelle 9 Korrelationskoeffizient (vgl. auch Abb. 21-28) enthaltenen Resultate.

Tabelle 9 : Korrelationskoeffizient r zwischen Masseänderungen und den gemessenen Konsistenzänderungen am wiedergewonnenen Bitumen (nur 4 Prüfstellen)

B 60/70	Pen (25°C)	EP R+K	Dyn.Visk. (60°C)	Dyn.Visk. (130°C)
Masse-änderung	0.809 signifikant	- 0.617 nicht signifikant	- 0.366 nicht signifikant	- 0.454 nicht signifikant

Bemerkung: zur Prüfung der Signifikanz wird die stochastische Variable $t = \frac{r}{\sqrt{1-r^2}} \times \sqrt{n-2}$, wobei n = Anzahl der Wertepaare, dem Schwellenwert aus der Student-Verteilung bei einer statistischen Sicherheit S von 0.99 gegenübergestellt.

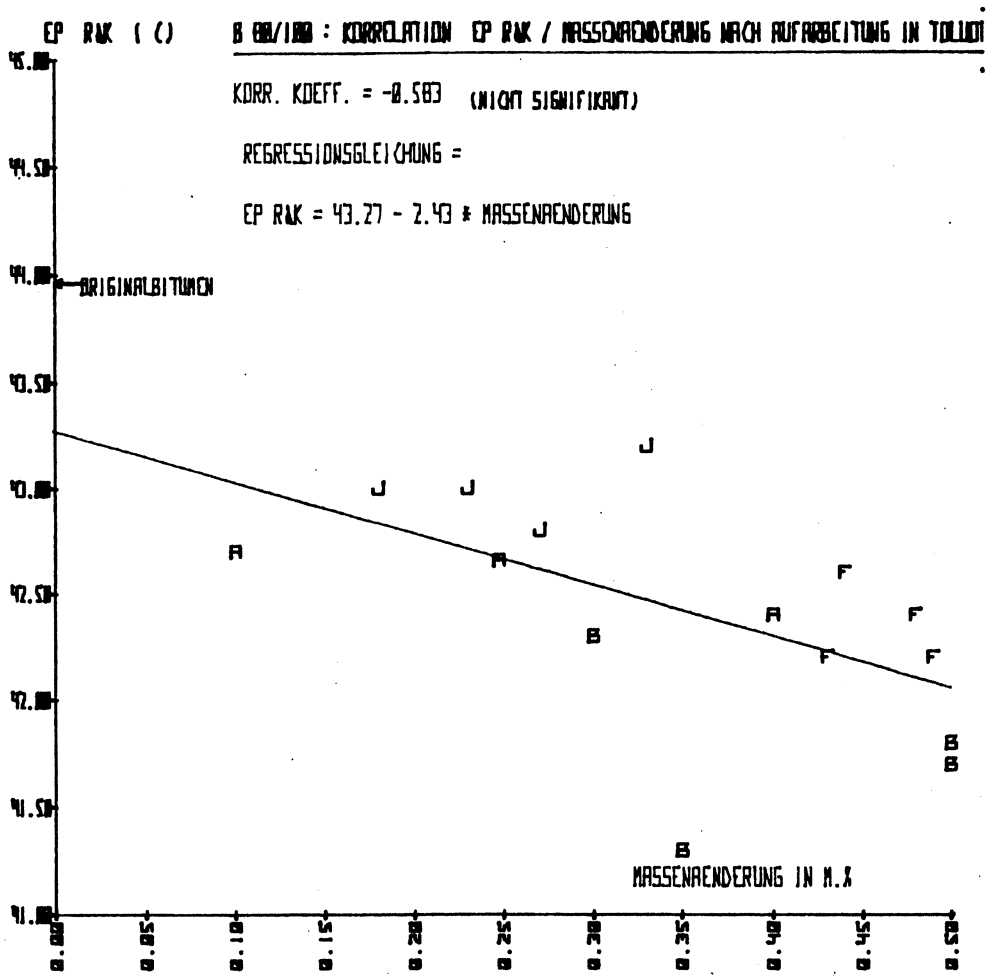
B 80/100	Pen (25°C)	EP R+K	Dyn.Visk. (60°C)	Dyn.Visk. (130°C)
Masse-änderung	0.653 signifikant	- 0.583 nicht signifikant	- 0.462 nicht signifikant	- 0.235 nicht signifikant

Aufgrund der von 4 Prüfstellen ermittelten Masseänderung am aufgearbeiteten Bindemittel lässt sich somit nur bei der Nadelpenetration ein 99 %-ig gesicherter Zusammenhang nachweisen.

Als Erklärung dient, dass wegen der hohen Ungenauigkeit bei der Bestimmung der Masseänderung (Wägungen mit Fehlergrenzen von ± 0.1 g = ± 100 mg) ein grosser Streuungsbereich entsteht und somit keine genaue Differenzierung zulässt.

Dabei ist darauf hinzuweisen, dass die vorliegenden Ergebnisse der Masseänderung von geringer Bedeutung sind, da in der Praxis von Bindemittellösungen unterschiedlicher Konzentration ausgegangen wird. Dies steht in Zusammenhang mit dem bei der Extraktion von Bindemittel aus Mischgut üblichen Arbeitsverfahren.

Auf weitere Untersuchungen der Abhängigkeit der Masseänderung durch Lösungsmittelreste kann deshalb verzichtet werden.


EP RUK (C)
B 60/100 : KORRELATION EP RUK / MASSENAENDERUNG NACH AUFARBEITUNG IN TOLUOL
KORR. KOEFF. = -0.583 (NICHT SIGNIFIKANT)
REGRESSIONSGLEICHUNG =
EP RUK = 43.27 - 2.43 * MASSENAENDERUNG
ORIGINALBITUMEN
MASSENAENDERUNG IN M.%

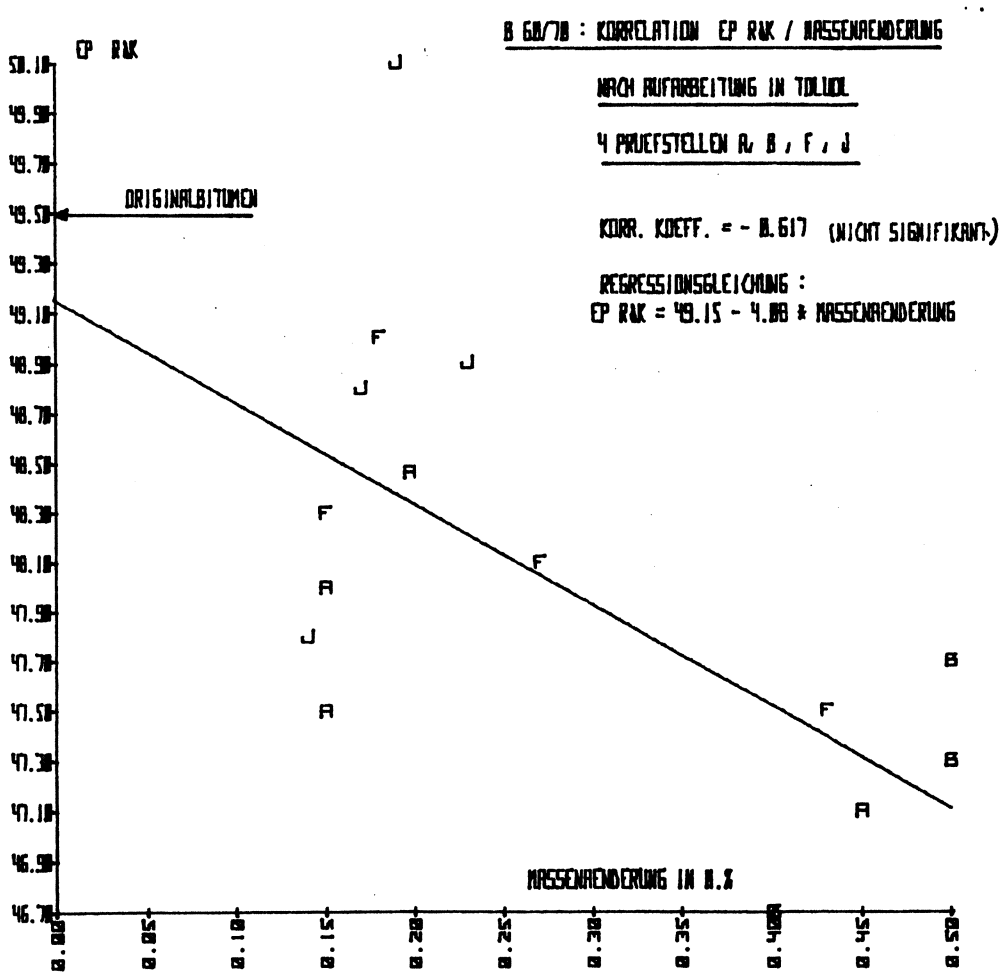

B 60/70 : KORRELATION EP RUK / MASSENAENDERUNG
NACH AUFARBEITUNG IN TOLUOL
4 PRUEFSTELLEN A, B, F, J
EP RUK
ORIGINALBITUMEN
KORR. KOEFF. = - 0.617 (NICHT SIGNIFIKANT)
REGRESSIONSGLEICHUNG :
EP RUK = 49.15 - 4.00 * MASSENAENDERUNG
MASSENAENDERUNG IN M.%

Abb. 21

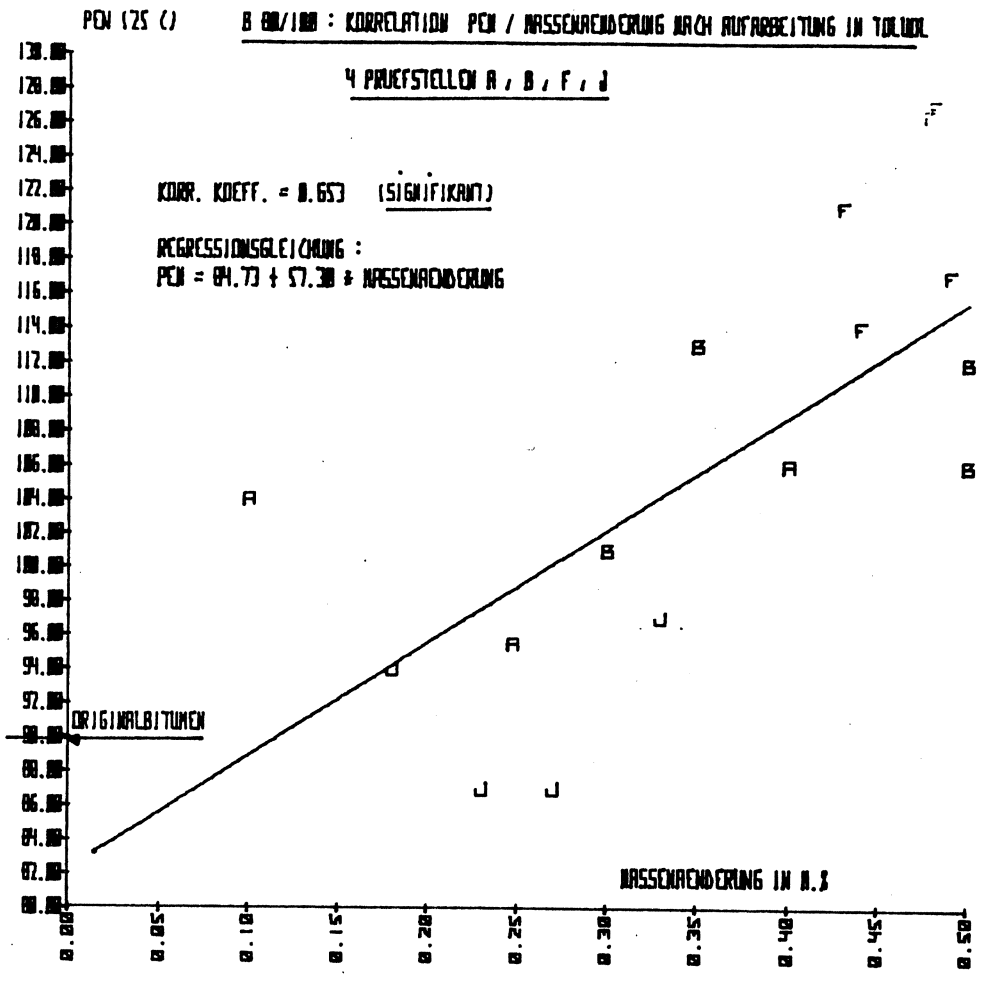
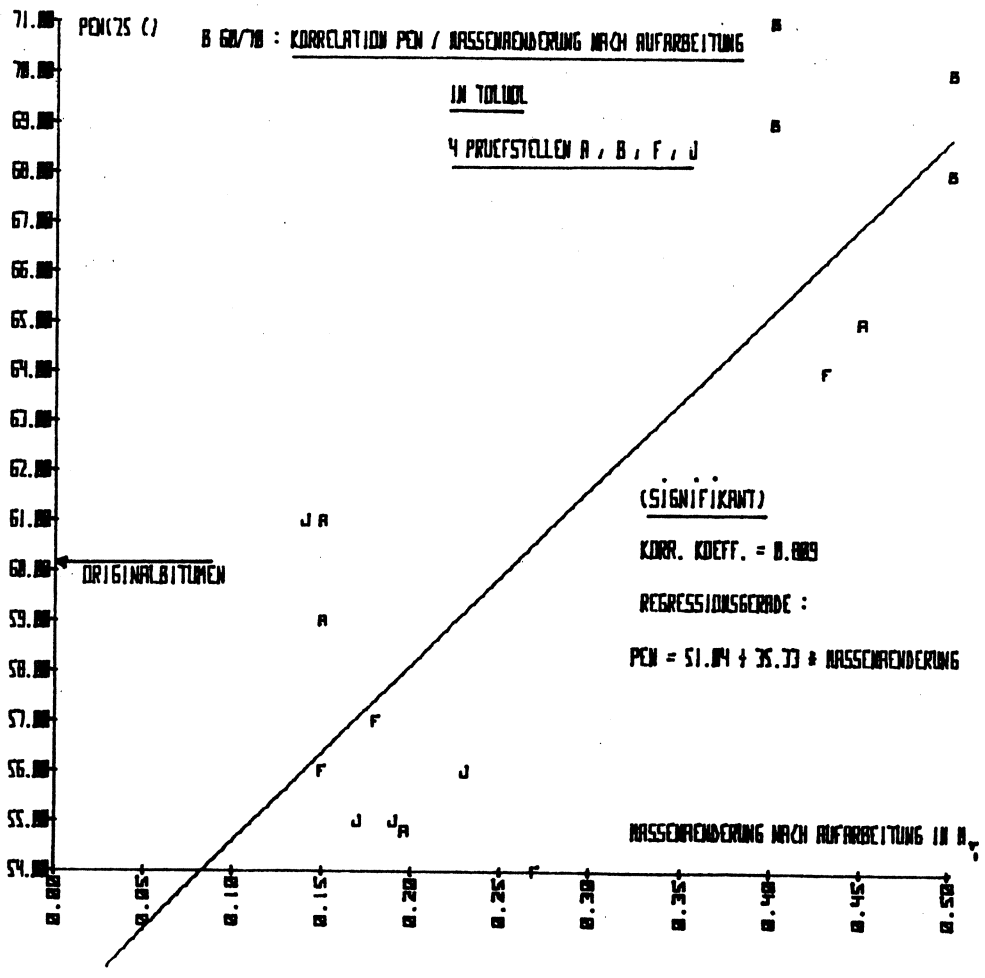
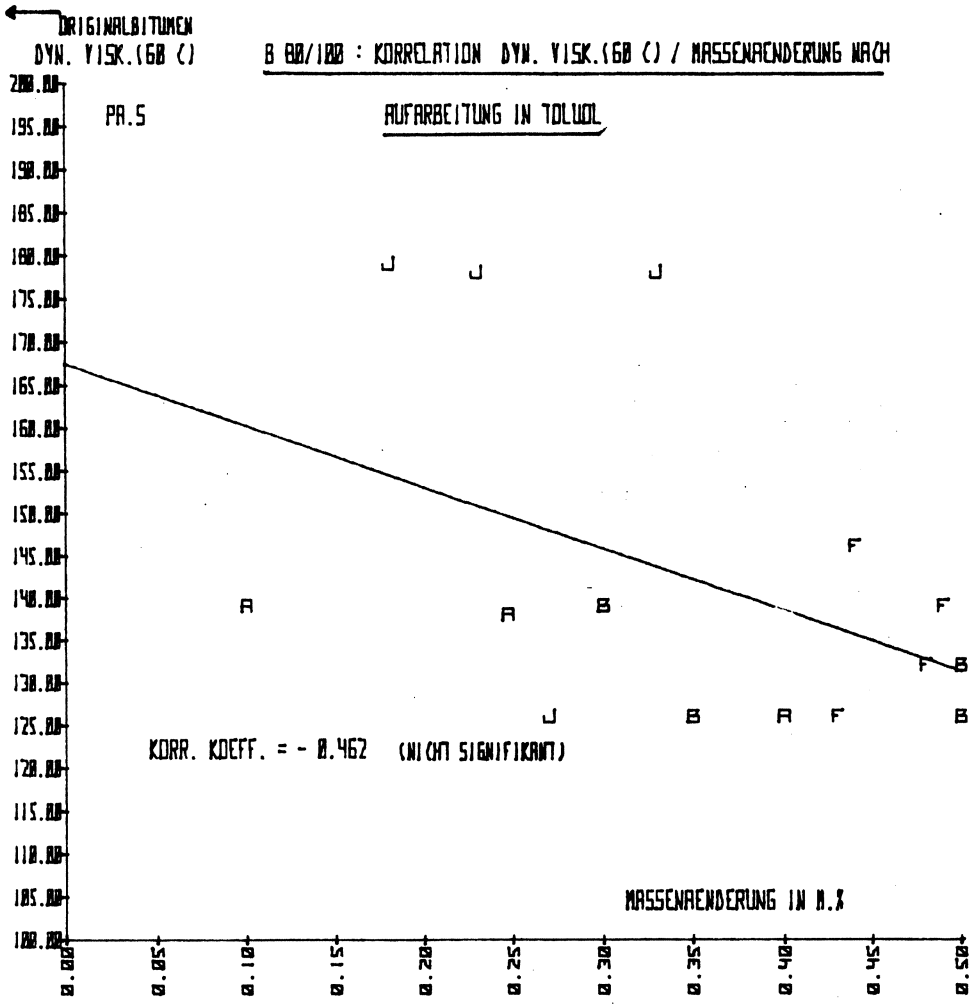
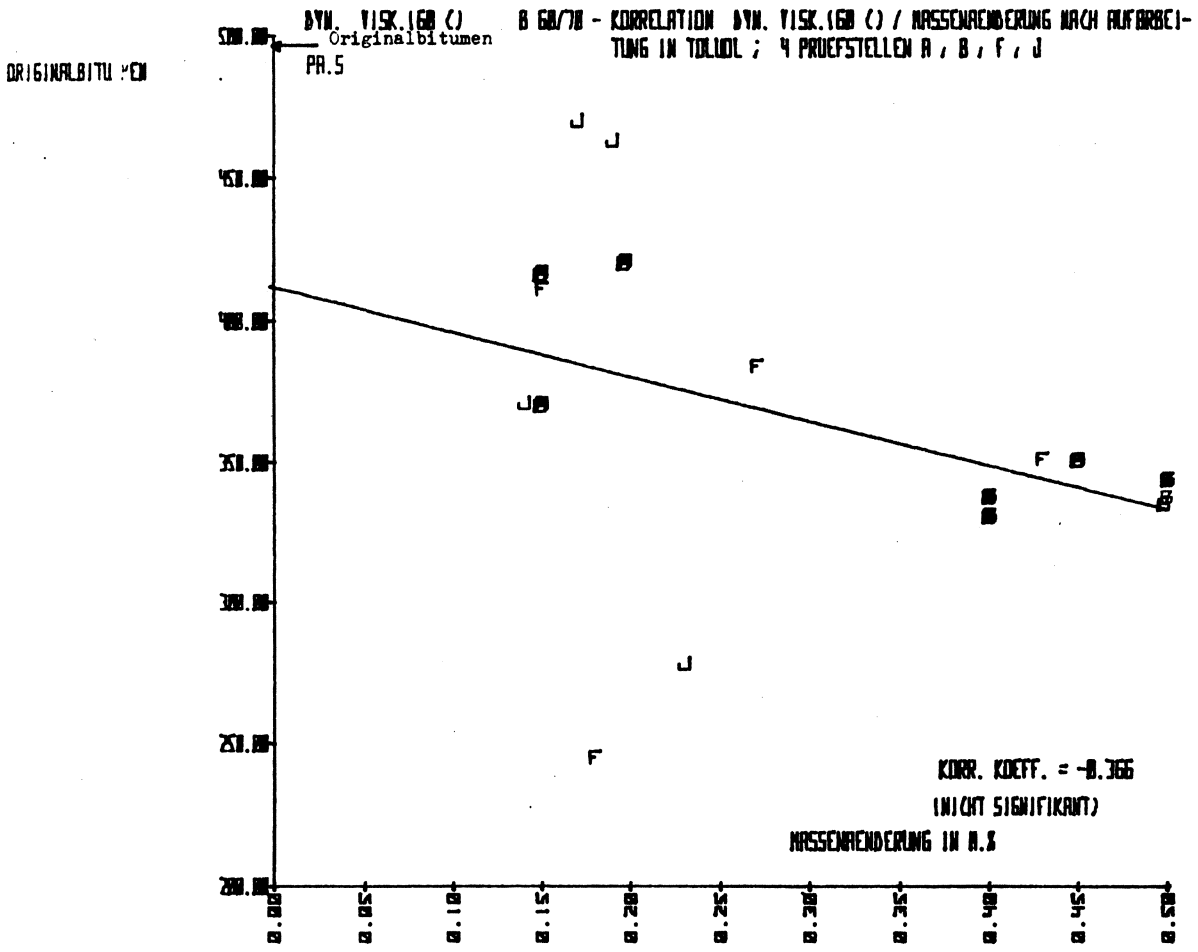
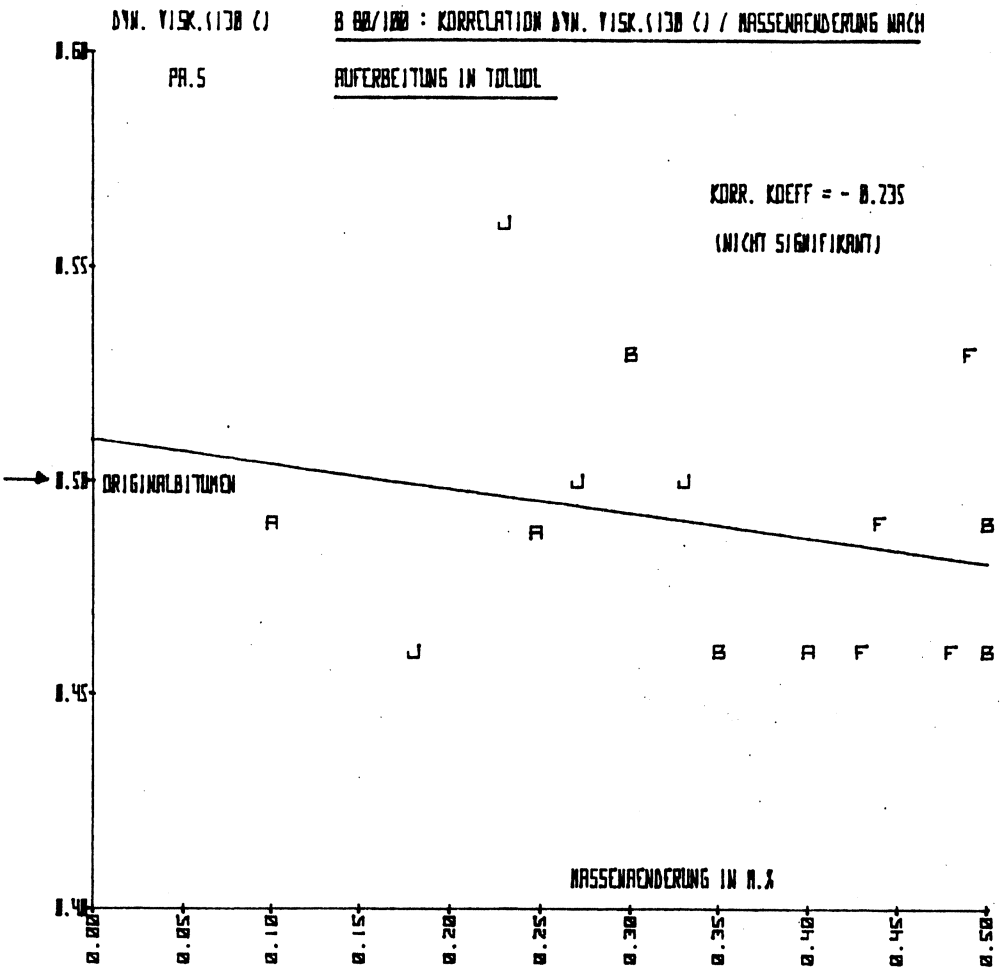

PEN (25 C)
B 80/100 : KORRELATION PEN / MASSENAENDERUNG NACH AUFARBEITUNG IN TOLUOL
4 PRUEFSTELLEN A , B , F , J
KORR. KOEFF. = 0.653 (SIGNIFIKANT)
REGRESSIONSGLEICHUNG :
PEN = 84.73 + 57.30 * MASSENAENDERUNG
ORIGINALBITUMEN
MASSENAENDERUNG IN M.%

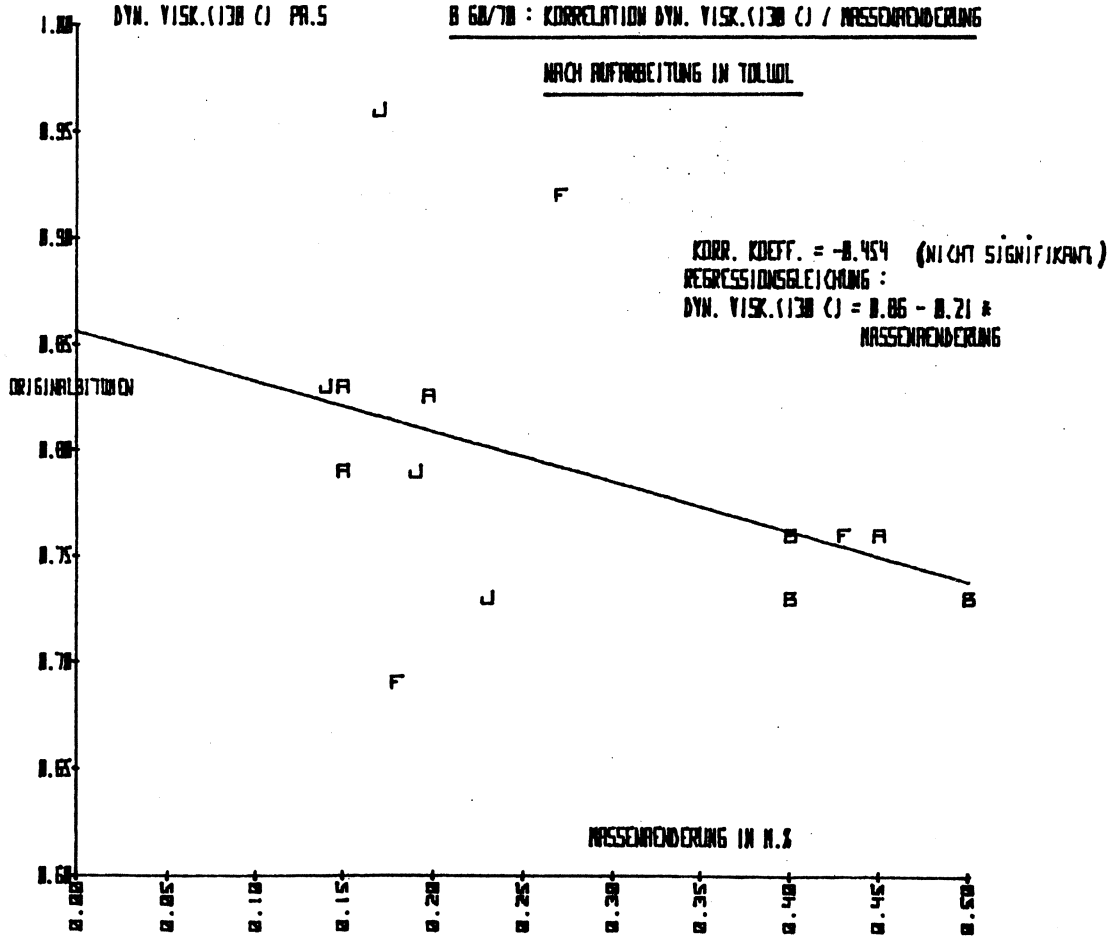
Abb. 22


PEN(25 C)
B 60/70 : KORRELATION PEN / MASSENAENDERUNG NACH AUFARBEITUNG
IN TOLUOL
4 PRUEFSTELLEN A , B , F , J
(SIGNIFIKANT)
KORR. KOEFF. = 0.889
REGRESSIONSGERADE :
PEN = 51.84 + 35.33 * MASSENAENDERUNG
ORIGINALBITUMEN
MASSENAENDERUNG NACH AUFARBEITUNG IN M.%


ORIGINALBITUMEN
DYN. VISK.(60 C)
B 80/100 : KORRELATION DYN. VISK.(60 C) / MASSENAENDERUNG NACH
AUFARBEITUNG IN TOLUOL
PR.5
KORR. KOEFF. = - 0.462 (NICHT SIGNIFIKANT)
MASSENAENDERUNG IN M.%


DYN. VISK.(60 C)
B 60/70 - KORRELATION DYN. VISK.(60 C) / MASSENAENDERUNG NACH AUFARBEI-
TUNG IN TOLUOL ; 4 PRUEFSTELLEN A , B , F , J
Originalbitumen
ORIGINALBITUMEN
PR.5
KORR. KOEFF. = -0.366
(NICHT SIGNIFIKANT)
MASSENAENDERUNG IN M.%


DYN. VISK.(130 C)
B 60/100 : KORRELATION DYN. VISK.(130 C) / MASSENAENDERUNG NACH
PA.5
AUFERBEITUNG IN TOLUOL
KORR. KOEFF = - 0.235
(NICHT SIGNIFIKANT)
ORIGINALBITUMEN
MASSENAENDERUNG IN M.%
0.60
0.55
0.50
0.45
0.40
0.00
0.05
0.10
0.15
0.20
0.25
0.30
0.35
0.40
0.45
0.50


DYN. VISK.(130 C) PA.5
B 60/70 : KORRELATION DYN. VISK.(130 C) / MASSENAENDERUNG
NACH AUFARBEITUNG IN TOLUOL
KORR. KOEFF. = -0.454 (NICHT SIGNIFIKANT)
REGRESSIONSGLEICHUNG :
DYN. VISK.(130 C) = 0.86 - 0.21 *
MASSENAENDERUNG
ORIGINALBITUMEN
MASSENAENDERUNG IN M.%
1.00
0.95
0.90
0.85
0.80
0.75
0.70
0.65
0.60
0.00
0.05
0.10
0.15
0.20
0.25
0.30
0.35
0.40
0.45
0.50

L A B O R V E R F A H R E N Ringversuch K 271, August 1986

Rückgewinnung von Bindemittel aus bituminösen Belägen zu Prüfzwecken.

1. Zweck

Isolierung bituminöser Bindemittel aus Bindemittel-Lösungsmittel-Gemischen.

2. Sicherheit Arbeitshygiene

Toluol ist ein brennbares organisches Lösungsmittel, Giftklasse 4.
Einatmen der Lösungsmitteldämpfe und Hautkontakt mit Lösungsmittel vermeiden.

Spezifikation Toluol

Siedepunkt °C	110.6
Dampfdichte (Luft = 1)	3.2
Flammpunkt °C	4
Untere Explosionsgrenze Vol.-%	1.3 - 1.4
MAK Wert ppm	100
MAK Wert g/m3	380
Giftklasse	4

Bituminöse Bindemittel sind komplexe Gemische organischer Kohlenwasserstoffe. Hautkontakt vermeiden.

3. Geräte, Chemikalien

3.1. Apparatur

Pos. 1 Vakuumrotationsverdampfer mit stufenloser Regelung der Drehzahl Intensivkühler und Schnellhebervorrichtung

Pos. 2 Verdampferkolben 1'000 ml

Pos. 3 Auffangkolben 1'000 ml

Pos. 4 Thermostatisiertes Oelbad mit Umwälzung und Temperaturregelung (zulässige Schwankungen: ± 0.2°C

Pos. 5 Vakuumpumpe

Pos. 6 Feinmanometer

Pos. 7 Druckregulierventil

Pos. 8 Kühlfalle

(siehe Skizze Seite 5)

3.2. Chemikalien

Toluol purum

Das Lösungsmittel darf zur Rückgewinnung nur einmal eingesetzt werden.

4. Durchführen

4.1. Einengen Bindemittellösung

- ca. 500 ml Bindemittellösung mit Trichter in Verdampferkolben einfüllen
- Oelbad auf 135°C (TB) bzw. 145°C (B) aufheizen, Kühlfalle kühlen
- Verdampferkolben am Rotationsverdampfer fixieren
- Rotationsverdampfer in Betrieb setzen (60 U/Min.)
- Verdampferkolben mittels Hebevorrichtung vorsichtig in Bad eintauchen, Eintauchtiefe ca. 5 cm
- Bindemittel-Lösungsmittelgemisch bei 130°C bei Atmosphärendruck einengen
- Zur Beschleunigung des Einengens kann man unter leichtem Vakuum von ca. 500 m bar (375 mm Hg) arbeiten
- Sobald Inhalt in Verdampferkolben auf ca. 100 ml eingeengt, restliche Bindemittellösung aus Glasgefäss vorsichtig in Verdampferkolben einfüllen und Einengen fortsetzen bis Inhalt Verdampferkolben ca. 100 ml beträgt

4.2. Isolieren Bindemittel

- Verdampferkolben mit Hebevorrichtung aus Bad heben
- Oelbad auf die der Bindemittelsorte zugeordnete Rückgewinnungstemperatur gemäss Tabelle 1 aufheizen
- Verdampferkolben mit Hebevorrichtung in Oelbad eintauchen (Eintauchtiefe ca. 10 cm); 10 Min. warten bis die der Bindemittelsorte zugeordnete Sumpftemperatur (=Oelbadtemperatur -5°C) erreicht wird
- Vakuumpumpe einschalten
- Mit Druckregulierventil Sollwert des der Bindemittelsorte zugeordnete Enddruckes gemäss Tabelle 1 auf dem Feinmonometer einregulieren

- Die den der Bindemittelsorte zugeordneten Destillationsbedingungen gemäss Tabelle 1 einhalten:

  Drehzahl Verdampferkolben
  Druck Destillationssystem
  Oelbadtemperatur
  Destillationszeit

- Vakuum entlasten

- Verdampferkolben aus Bad anheben

- Rotation Verdampferkolben einstellen

- Rückgewonnenes Bindemittel in flüssigem Zustand aus Verdampferkolben ausfliessen lassen

- Zurückgewonnenes Lösungsmittel in Auffangkolben darf nicht mehr für eine weitere Bindemittelrückgewinnung eingesetzt werden

4.3. Destillationsbedingungen (Angaben Stand April 1984)

Drehzahl Verdampferkolben 60 U/Min.

Lösungsmittel Toluol

	B 40/50 B 60/70	B 80/100 B 120/150 B 180/220	TB 2000 TB 4000	TB 600/1100 TB 200/500
Oelbadtemperatur °C	145	145	135	135
Sumpftemperatur °C	140 ± 2	140 ± 2	130 ± 2	130 ± 2
Druck mm Hg* m bar	25 ± 2 33 ± 3	30 ± 2 40 ± 3	35 ± 2 47 ± 3	40 ± 2 54 ± 3
Destillationszeit Min.	20	20	20	20

* 1 mm Hg = 133.322 Pa 10^5 Pa = 1 bar

ANHANG IV : OPTIMIERUNG LABORVERFAHREN

25. Optimierung des Laborverfahrens zur Rückgewinnung von Bindemittel aus Bindemittellösungen

Aufgrund des im Rahmen des Forschungsauftrages FA 7/75 erstellten Schlussberichtes (1. Teil) wurden u.a. folgende experimentelle Grundlagen erarbeitet:

- Bei Verwendung eines Rotationsverdampfers und durch Einstellung passender Variablenniveaus bei den zum Entfernen der Lösemittelreste in Frage kommenden Einflussgrössen (Temperatur, Druck, Destillationszeit) ist es möglich, Bitumen praktisch unverändert und lösungsmittelfrei aus Bindemittellösungen zurückzugewinnen.

- Falls Bindemittellösungen aus Reinbitumen und dem Lösemittel Toluol bestehen, lässt sich die gründsätzliche Forderung nach möglichst lösungsmittelfreier Rückgewinnung des Bindemittels relativ einfach mit der Forderung nach möglichst geringer Veränderung der Konsistenzeigenschaften vereinbaren.

- Als geeignete Destillationsbedingungen zum schonenden Isolieren der im Strassenbau am häufigsten verwendeten Bitumensorten gelten bei einer Prüfgutmenge von 100 g $\pm$ 10 g, unter sonst gleichbleibenden Prüfbedingungen, folgende in Tabelle 10 enthaltene Variablenniveaus für Temperatur, Druck und Destillationszeit:

Tabelle 10

	B 40/50 B 60/70	B 80/100 B 120/150 B 180/220
Oeltemperatur °C	145 °C	145 °C
Sumpftemperatur °C	140 °C ± 2	140 °C ± 2
Druck mm Hg mbar	25 ± 2 33 ± 1	30 ± 2 40 ± 1
Destillationszeit	20 Min.	20 Min.

- Dabei ist zu beachten:

1. Lösungsmittelart

Als Lösungsmittel ist Toluol zu verwenden.

Es wurde im Forschungsauftrag FA 7/75 eindeutig festgestellt, dass die Viskositätsmesswerte des wiedergewonnenen Bindemittels unter Verwendung eines chlorhaltigen Lösemittels (z.B. Dichloromethan) viel stärker beeinflusst werden als durch die in Temperatur, Druck und Destillationszeit modifizierten Destillationsbedingungen. Die Untersuchung der lösungsmittelbedingten Verhärtung zeigte, dass diese vorwiegend während der Lagerung der Bindemittellösung eintritt.

2. Reinheitsgrad des verwendeten Lösungsmittels

Es ist Toluol purum zu verwenden. Handelsübliches Toluol technischer Qualität ist nicht geeignet.

Die mehrmalige Verwendung desselben Lösungsmittels ist nicht zulässig (Verunreinigungen durch Schliff-Fett, Bindemittelzusätze, Begleitstoffe, Spaltprodukte).

3. Lagerungszeit der Bindemittellösungen

Bindemittellösungen sind gleichentags nach ihrer Herstellung aufzuarbeiten. Bei Lagerungen von Bindemittellösungen bei Raumtemperatur sind diese vor Licht zu schützen.

Der Einfluss der Lagerungszeit von Bitumenlösungen wurde im Rahmen einer umfangreichen Forschungsarbeit mit modernen analytischen Methoden (GPC) nachgewiesen [3].

4. Menge an Prüfgut im Destillationskolben

Die nach der Extraktion anfallenden Bindemittellösungen weisen je nach Mischgutsorte und dem damit zusammenhängenden Bitumengehalt unterschiedliche Konzentrationen auf.

Aufgrund der Resultate von Probelauf 3 des Ringversuches steht fest, dass die Prüfgutmenge die Endviskosität (= Endkonsistenz) stark beeinflussen kann. Bei zunehmender Menge von Prüfgut, innerhalb der üblicherweise rückgewonnenen Mengen von 100 g bis 200 g, ist mit einer Viskositätsabnahme zu rechnen, wenn ein Anteil von Lösemittelresten $\geq$ 0.1 Masse-% vorliegt (Lösemittelspuren $<$ 0.1 Masse-% haben keinen nennenswerten Einfluss auf die Endviskosität).

Durch zusätzliche Untersuchungen ist der Zusammenhang von Prüfgutmenge (100 - 200 g) und Anteile von Lösungsmittelreste abzuklären (vgl. 24.1.).

5. Verwendung eines Schutzgases

Bituminöse Bindemittel verhärten unter Inertgasstrom und hohen Temperaturen als Folge destillativer Vorgänge.

- Falls kein Inertgasstrom eingeleitet wird, schützt das aus der Prüfgutoberfläche austretende Oeldampfpolster dieses weitgehend gegen oxydative Veränderungen.

- Falls ein Inertgasstrom eingeleitet wird, wird das aus der Prüfgutoberfläche austretende Oeldampfpolster mit dem Gasstrom abgeführt, was zur Folge hat, dass die thermo-destillativen Veränderungen stark gefördert werden.

25.1. Problemstellung

Der als optimal zu bezeichnende Zustand, in welchem das nach Aufarbeitung in Toluol rückgewonnene Bindemittel, weder durch Lösungsmittelreste erweichend beeinflusst wird, noch durch Abdestillieren seiner leichtflüchtigen Verbindungen verhärtet wird (oxydative Veränderungen sind infolge des vor Lufteinwirkungen schützenden Oeldampfpolsters von untergeordneter Bedeutung; vgl. Schlussbericht FA 7/75 "Rückgewinnung von Bindemittel aus bituminösen Belägen"), ist aufgrund der aus Probelauf 3 Ringversuch gewonnenen Erkenntnisse zu untersuchen (Einfluss Menge an Prüfgut).

Zur Charakterisierung des optimalen Zustandes ist der funktionale Zusammenhang zwischen der diesen optimalen Zustand kennzeichnenden Grösse (Zielfunktion = z.B. dynamische Viskosität, Nadelpenetration, Erweichungspunkt R+K, analytische Daten aufgrund von IR-, GC-, GPC-, HPLC-Untersuchungen) und den Einflussvariablen (Temperatur, Druck, Destillationszeit, Bitumenmasse im Kolben) experimentell zu ermitteln.

Bezugnehmend auf die in Forschungsauftrag FA 7/75 herangezogenen statistischen Methoden der multiplen Regressionsanalyse und der daraus abgeleiteten Erkenntnisse über die Abhängigkeit der Zielfunktion von Druck, Temperatur, Destillationszeit, sind folgende Kriterien zu berücksichtigen:

1. Temperaturabhängigkeit

Oberhalb des Basisniveaus von 145°C dieser Variable verschwindet die Temperaturabhängigkeit allmählich (vgl. FA 7/75, Seite 314). Eine Erhöhung der Temperatur auf 165°C zum vollständigen Entfernen der Lösemittelreste im Zusammenhang mit einer erhöhten Menge am Prüfgut ist somit nicht sinnvoll. Dies beruht auf theoretischen Ueberlegungen, als auch auf praxisbezogenen Ueberlegungen (Belästigung infolge starker Oelbademissionen). Bei Erhöhung der Temperatur bis auf 165°C ist in der Regel keine nennenswerte thermische Ueberbeanspruchung des Bindemittels zu befürchten, sofern nicht gleichzeitig die Komponente Druck eine Aenderung der Verhältnisse verursacht. Zur Verbesserung der Trennschärfe Bitumen/Lösemittel ist eine Erhöhung der Temperatur im Zusammenwirken mit einem niederen Druck ausgeschlossen. Im Zusammenhang mit der Trägheit der Heizgeschwindigkeit des Oelbades ist die Temperatur konstant zu halten.

2. Destillationszeitabhängigkeit

Aufgrund der im Rahmen von Forschungsauftrag FA 7/75 durchgeführten Arbeiten hat sich gezeigt, dass diese Variable im Bereich des optimalen Zustandes einen eher schwachen Einfluss auf die Zielfunktion hat.

Eine Verlängerung der Destillationszeit auf z.B. 40 Min. unter Konstanthaltung der anderen Faktoren ist u.E. nicht sinnvoll.

3. Druckabhängigkeit

Der Wirkungsmechanismus dieser Einflussgrösse konnte in Forschungsauftrag FA 7/75 genau erfasst werden. Der Druck beeinflusst am stärksten die Zielfunktion (Viskosität, Penetration etc.) und bewirkt beim tieferen Niveau im Zusammenwirken mit höheren Temperaturen (145°C - 165°C) das Abdestillieren der leichtflüchtigsten Bestandteile des vorliegenden Bindemittels. Der Druck ist deshalb hauptsächlich zur Verbesserung der Trennschärfe Bitumen/Lösemittel befähigt.

Die Möglichkeit der Variation des Vakuums unter Berücksichtigung der Prüfgutmenge ist von grosser Bedeutung. Der Betrieb von mit Motor-Vakuumpumpe, Vakuum-Steuergerät, Magnetventil etc, ausgerüsteten Rotationsverdampfern ermöglicht das stufenlose, rasche Einstellen von genau kontrolliertem Vakuum im Bereich von 1000 - 1 mbar. Es ist deshalb naheliegend, den Druck als massgebenden Faktor zur Beseitigung von Lösemittelresten in Verbindung mit einer variierenden Menge an Prüfgut zu benützen.

25.2. Aufstellung der Regressionsgleichung zweiten Grades
Y = Zielfunktion = f (Vakuum, Bitumenmasse)
Erläuterungen zu Beispielen B 80/100/Toluol, B 60/70/Toluol

Es wird gemäss 25.1. angenommen, dass die Zielfunktion zur Hauptsache von den beiden unabhängigen Variablen - Vakuum, Bitumenmasse im Kolben - beeinflusst wird.

In Anlehnung an die in Forschungsauftrag FA 7/75 ausführlich beschriebenen statistischen Methoden der faktoriellen Versuchsplanung werden, nach gezielter Entwicklung eines erweiterten, faktoriellen Versuchsplans, 9 Versuche, umfassend 5 Variationen der in Frage kommenden Einflussgrössen durchgeführt:

Versuch	Vakuum mbar	Bitumenmasse g	kodifizierte Bezeichnung der Faktorenniveaus
1	20	125	- 1, - 1
2	40	125	1, - 1
3	20	175	- 1, 1
4	40	175	1, 1
5	10	150	- 2, 0
6	50	150	+ 2, 0
7	30	100	0, - 2
8	30	200	0, + 2
9	30	150	0, 0

Anschliessend erfolgte mit Hilfe eines Laborcomputers die statistische Auswertung der Versuchsergebnisse, dabei wurden folgende Kriterien berücksichtigt:

1. Aufstellung eines geeigneten Regressionsmodells zur Beschreibung des funktionellen Zusammenhangs zwischen Zielfunktion (dynamische Viskosität bei 60°C und 130°C, Erweichungspunkt R+K, Penetration) und den beeinflussenden Faktoren. Es galt, mit Hilfe varianzanalytischer Tests abzuklären, ob sich eine Regressionsgleichung ersten Grades oder zweiten Grades je nach ausgewählter Zielfunktion eignet.

2. Graphische Konstruktion der Höhenlinien der Zielfunktion im zweidimensionalen Fall X_1 = Vakuum = f (X_2) = f (Bitumenmasse) bei Y = Zielfunktion = Konstante. Abklärung der Faktoreneinwirkungen im Bereich des optimalen Zustandes des untersuchten Bindemittels (Y = Konstante = Zahlenwert der Zielfunktion des untersuchten Bindemittels im Originalzustand, d.h. vor der Aufarbeitung in Toluol).

25.3. Statistische Auswertung der Versuchsergebnisse

Aufgrund des auf Seite 145 - 148 sowie auf Seite 150 - 153 ausgewerteten Versuchsplans ist folgendes festzuhalten:

1. Mittels den erwähnten varianzanalytischen Tests geht hervor, dass die Regressionsgleichung 1. Ordnung ein gutes Bild der Zielfunktionslandschaft gibt und folglich, dass sie graphisch und mathematisch interpretiert werden kann:

Tabelle 11: Zusammenstellung der Regressionsgleichungen 1. Ordnung
$Y = f(X_1, X_2) = f$ (Vakuum, Bitumenmasse)

B 80/100

Zielfunktion:	$Y = f(X_1, X_2) = f$ (Vakuum, Bitumenmasse)
Penetration (25°C) (1/10 mm)	$Y = 92.2 + 4.25\ X_1 + 2.25\ X_2$
EP R+K °C	$Y = 43.79 - 0.54\ X_1 - 0.32\ X_2$
Dyn. Visk. (60°C) (Pa.s)	$Y = 200.07 - 12.69\ X_1 - 6.07\ X_2$
Dyn. Visk. (130°C) (mPa.s)	unbestimmt; die Variablen haben keine Wirkung u./o. die Messergebnisse sind durch Fremdfaktoren verfälscht.

Bemerkung:

Definitionsgleichungen von X_1 und X_2:

$$X_1 = \frac{(\text{Vakuum-Basisniveau})}{\text{Einheit}} = \frac{(\text{Vakuum} - 30)}{10}$$

$$X_2 = \frac{(\text{Bitumenmasse-Basisniveau})}{\text{Einheit}}$$

$$X_2 = \frac{(\text{Bitumenmasse} - 150)}{25}$$

ERMITTLUNG POLYNOM 2. GRADES(NICHT ORTHOGONALES COMPOSITE DESIGN)

FAKTOREN U. FAKTORENNIVEAUS IM 2^2 DESIGN

FAKTOREN	FAKTORENNIVEAUS		
	-1	BASISNIVEAU	+1
VAKUUM	20.00	30.00	40.00
BITUMENMASSE	125.00	150.00	175.00

FAKTORENNIVEAUS DER 5 ERGAENZUNGSVERSUCHE
(NICHT ORTHOGONALES COMPOSITE DESIGN)

	-2	BASISNIVEAU	+2
VAKUUM	10.00	30.00	50.00
BITUMENMASSE	100.00	150.00	200.00

BEMERKUNGEN:TEMP.=145 C,DEST.ZEIT=20',TOLUOL,B 80/100

VERSUCHSKOMB.	EIGENSCHAFT: PENETRATION(25 C) 1/10 mm
-1,-1	85.000
1,-1	96.000
-1,1	90.000
1,1	98.000
-2,0	85.000
2,0	101.000
0,-2	86.000
0,2	96.000
0,0	92.000

WIEDERHOLUNGEN: 9 VERSUCHE 1 MAL WIEDERHOLT

AUFSTELLUNG DES POLYNOMS 2. GRADES

REGRESSIONSKOEFF.		STANDARDABWEICHUNG
B0	92.22160	1.13855
B1	4.25000	0.76376
B2	2.25000	0.76376
B1,1	0.20907	0.42696
B2,2	-0.29098	0.42696
B1,2	-0.75000	0.76376

VERSUCHSFEHLERVARIANZ 2.33333 MIT 2.00000 FG

VARIANZANALYTISCHER TEST AUF DAS POL. 2. GRADES

VERSUCHSKOMB.	ERWARTUNGSWERTE Y	BEOBACHTUNGSWERTE Y
-1,-1	89.68063	85.00000
1,-1	99.68063	96.00000
-1,1	95.68063	90.00000
1,1	102.68063	98.00000
-2,0	103.72160	85.00000
2,0	120.72160	101.00000
0,-2	86.55770	86.00000
0,2	95.55770	96.00000
0,0	92.22160	92.00000

BER. DER FEHLERQUADRATSUMME AUFGRUND VON 3.00000 WIEDERHOLUNGEN

0,0	87.00000
0,0	84.00000
0,0	86.00000

GESAMTQUADRATSUMME = 76647.00000 MIT 12.00000 FG

QUADRATSUMME ANPASSUNGSDEFEKT=-2.61667 MIT 4.00000 FG II

FEHLERQUADRATSUMME = 4.66667 MIT 2.00000 FG III

QUADRATSUMME DER REGRESSIONSWERTE = 76644.95000 MIT 6.00000 FG

QUADRATSUMME DER REGRESSIONSWERTE SETZT SICH AUS FOLGENDEN ANTEILEN ZUSAMMEN:

QUADRATSUMME BEZ.BO = 76360.09833 MIT 1.00000 FG Ia

QUADRATSUMME BEZ. LIN.KOEFF.= 277.50000 MIT 2.00000 FG Ib

QUADRATSUMME BEZ. QUADRATISCHEN KOEFF. = 7.35167 MIT 3.00000 FG Ic

PRUEFGROESSE	SCHWELLENWERTE		ENTSCHEIDUNG	
F(Ia/III)=16361	F(1;2)=18.5 0.05	F(1;2)=98.5 0.01	+	+
F(Ib/III)=59.46	F(2;2)=19.0	F(2;2)=99.0	+	-
F(Ic/III)=1.57	F(3;2)=19.2		-	

ERMITTLUNG POLYNOM 2. GRADES(NICHT ORTHOGONALES COMPOSITE DESIGN)

FAKTOREN U. FAKTORENNIVEAUS IM 2^2 DESIGN

FAKTOREN	FAKTORENNIVEAUS		
	-1	BASISNIVEAU	+1
VAKUUM	20.00	30.00	40.00
BITUMENMASSE	125.00	150.00	175.00

FAKTORENNIVEAUS DER 5 ERGAENZUNGSVERSUCHE
(NICHT ORTHOGONALES COMPOSITE DESIGN)

	-2	BASISNIVEAU	+2
VAKUUM	10.00	30.00	50.00
BITUMENMASSE	100.00	150.00	200.00

BEMERKUNGEN:TEMP.=145 C,DEST.ZEIT=20',TOLUOL,B 80/100

VERSUCHSKOMB.	EIGENSCHAFT: EP R&K C)
-1,-1	44.800
1,-1	43.300
-1,1	44.100
1,1	43.300
-2,0	44.900
2,0	42.800
0,-2	44.900
0,2	43.300
0,0	43.800

WIEDERHOLUNGEN: 9 VERSUCHE 1 MAL WIEDERHOLT

AUFSTELLUNG DES POLYNOMS 2. GRADES

REGRESSIONSKOEFF.		STANDARDABWEICHUNG
B0	43.78800	0.15516
B1	-0.54167	0.10408
B2	-0.32500	0.10408
B1,1	0.01466	0.05818
B2,2	0.07724	0.05818
B1,2	0.17500	0.10408

VERSUCHSFEHLERVARIANZ 0.04333 MIT 2.00000 FG

VARIANZANALYTISCHER TEST AUF DAS POL. 2. GRADES

VERSUCHSKOMB.	ERWARTUNGSWERTE Y	BEOBACHTUNGSWERTE Y
-1,-1	49.90690	44.80000
1,-1	48.47357	43.30000
-1,1	48.90690	44.10000
1,1	48.17357	43.30000
-2,0	64.87133	44.90000
2,0	62.70467	42.80000
0,-2	44.74695	44.90000
0,2	43.44695	43.30000
0,0	43.78800	43.80000

BER. DER FEHLERQUADRATSUMME AUFGRUND VON 3.00000 WIEDERHOLUNGEN

0,0	44.10000
0,0	44.20000
0,0	44.50000

GESAMTQUADRATSUMME = 17358.82000 MIT 12.00000 FG

QUADRATSUMME ANPASSUNGSDEFEKT= 0.30119 MIT 4.00000 FG II

FEHLERQUADRATSUMME = 0.08667 MIT 2.00000 FG III

QUADRATSUMME DER REGRESSIONSWERTE = 17358.43214 MIT 6.00000 FG

QUADRATSUMME DER REGRESSIONSWERTE SETZT SICH AUS FOLGENDEN ANTEILEN ZUSAMMEN:

QUADRATSUMME BEZ.B0 = 17353.63581 MIT 1.00000 FG Ia

QUADRATSUMME BEZ. LIN.KOEFF.= 4.78832 MIT 2.00000 FG Ib

QUADRATSUMME BEZ. QUADRATISCHEN KOEFF. = 0.00801 MIT 3.00000 FG Ic

PRUEFGROESSE	SCHWELLENWERTE		ENTSCHEIDUNG	
F(Ia/III)=200226	F(1;2)=18.5 0.05	F(1,2)=98.5 0.01	+	+
F(Ib/III)=55.2	F(2;2)=19.0 0.05	F(2;2)=99.0 0.01	+	-
F(Ic/III)=0.09	F(3;2)=19.2 0.05		-	

ERMITTLUNG POLYNOM 2. GRADES(NICHT ORTHOGONALES COMPOSITE DESIGN)

FAKTOREN U. FAKTORENNIVEAUS IM 2^2 DESIGN

FAKTOREN	FAKTORENNIVEAUS		
	-1	BASISNIVEAU	+1
VAKUUM	20.00	30.00	40.00
BITUMENMASSE	125.00	150.00	175.00

FAKTORENNIVEAUS DER 5 ERGAENZUNGSVERSUCHE
(NICHT ORTHOGONALES COMPOSITE DESIGN)

	-2	BASISNIVEAU	+2
VAKUUM	10.00	30.00	50.00
BITUMENMASSE	100.00	150.00	200.00

BEMERKUNGEN:TEMP.=145 C,DEST.ZEIT=20',TOLUOL,B 80/100

VERSUCHSKOMB.	EIGENSCHAFT: DYN.VISK.(60 ,100SEK-1) Pa.s
-1,-1	218.460
1,-1	191.980
-1,1	211.840
1,1	178.740
-2,0	225.080
2,0	178.740
0,-2	225.080
0,2	198.600
0,0	205.220

WIEDERHOLUNGEN: 9 VERSUCHE 1 MAL WIEDERHOLT

AUFSTELLUNG DES POLYNOMS 2. GRADES

REGRESSIONSKOEFF.		STANDARDABWEICHUNG
B0	200.06600	17.79072
B1	-12.68830	11.93437
B2	-6.06833	11.93437
B1,1	0.13881	6.67152
B2,2	2.62168	6.67152
B1,2	-1.65500	11.93437

VERSUCHSFEHLERVARIANZ 569.71720 MIT 2.00000 FG

VARIANZANALYTISCHER TEST AUF DAS POL. 2. GRADES

VERSUCHSKOMB.	ERWARTUNGSWERTE Y	BEOBACHTUNGSWERTE Y
-1,-1	224.78931	218.46000
1,-1	202.72271	191.98000
-1,1	215.96265	211.84000
1,1	187.27605	178.74000
-2,0	245.44260	225.08000
2,0	194.68940	178.74000
0,-2	222.68938	225.08000
0,2	198.41606	198.60000
0,0	200.06600	205.22000

BER. DER FEHLERQUADRATSUMME AUFGRUND VON 3.00000 WIEDERHOLUNGEN

0,0	211.84000
0,0	258.18000
0,0	244.94000

GESAMTQUADRATSUMME = 376232.47400 MIT 12.00000 FG

QUADRATSUMME ANPASSUNGSDEFEKT=-1039.17250 MIT 4.00000 FG II

FEHLERQUADRATSUMME = 1139.43440 MIT 2.00000 FG III

QUADRATSUMME DER REGRESSIONSWERTE = 376132.21210 MIT 6.00000 FG

QUADRATSUMME DER REGRESSIONSWERTE SETZT SICH AUS FOLGENDEN ANTEILEN ZUSAMMEN:

QUADRATSUMME BEZ.BO = 373622.43284 MIT 1.00000 FG Ia

QUADRATSUMME BEZ. LIN.KOEFF.= 2373.81500 MIT 2.00000 FG Ib

QUADRATSUMME BEZ. QUADRATISCHEN KOEFF. = 135.96426 MIT 3.00000 FG Ic

PRUEFGROESSE	SCHWELLENWERTE		ENTSCHEIDU	
F(Ia/III)=327.91	F(1;2)=18.5 0.05	F(1;2)=98.5 0.01	+	+
F(Ib/III)=2.08	F(2;2)=19.0 0.05		-	
F(Ic/III)=0.119	F(3;2)=19.2 0.05		-	

ERMITTLUNG POLYNOM 2. GRADES(NICHT ORTHOGONALES COMPOSITE DESIGN)

FAKTOREN U. FAKTORENNIVEAUS IM 2^2 DESIGN

FAKTOREN	FAKTORENNIVEAUS		
	-1	BASISNIVEAU	+1
VAKUUM	20.00	30.00	40.00
BITUMENMASSE	125.00	150.00	175.00

FAKTORENNIVEAUS DER 5 ERGAENZUNGSVERSUCHE
(NICHT ORTHOGONALES COMPOSITE DESIGN)

	-2	BASISNIVEAU	+2
VAKUUM	10.00	30.00	50.00
BITUMENMASSE	100.00	150.00	200.00

BEMERKUNGEN:TEMP.=145 C,DEST.ZEIT=20',TOLUOL,B 80/100

VERSUCHSKOMB.	EIGENSCHAFT: DYN.VISK.(130,100SEK-1) mPa.s
-1,-1	596.000
1,-1	563.000
-1,1	596.000
1,1	629.000
-2,0	563.000
2,0	596.000
0,-2	563.000
0,2	529.000
0,0	563.000

WIEDERHOLUNGEN: 9 VERSUCHE 1 MAL WIEDERHOLT

AUFSTELLUNG DES POLYNOMS 2. GRADES

REGRESSIONSKOEFF.		STANDARDABWEICHUNG
B0	592.43600	37.57215
B1	5.50000	25.20417
B2	-0.16667	25.20417
B1,1	-1.39500	14.08956
B2,2	-9.77000	14.08956
B1,2	16.50000	25.20417

VERSUCHSFEHLERVARIANZ 2541.00000 MIT 2.00000 FG

VARIANZANALYTISCHER TEST AUF DAS POL. 2. GRADES

VERSUCHSKOMB.	ERWARTUNGSWERTE Y	BEOBACHTUNGSWERTE Y
-1,-1	598.83267	596.00000
1,-1	576.83267	563.00000
-1,1	565.49933	596.00000
1,1	609.49933	629.00000
-2,0	601.43600	563.00000
2,0	623.43600	596.00000
0,-2	553.68933	563.00000
0,2	553.02267	529.00000
0,0	592.43600	563.00000

BER. DER FEHLERQUADRATSUMME AUFGRUND VON 3.00000 WIEDERHOLUNGEN

0,0	596.00000
0,0	695.00000
0,0	662.00000

GESAMTQUADRATSUMME = 3009006.00000 MIT 12.00000 FG

QUADRATSUMME ANPASSUNGSDEFEKT=-1248.43333 MIT 4.00000 FG II

FEHLERQUADRATSUMME = 5082.00000 MIT 2.00000 FG III

QUADRATSUMME DER REGRESSIONSWERTE = 3005172.43333 MIT 6.00000 FG

QUADRATSUMME DER REGRESSIONSWERTE SETZT SICH AUS FOLGENDEN ANTEILEN ZUSAMMEN:

QUADRATSUMME BEZ.BO = 3002129.23872 MIT 1.00000 FG Ia

QUADRATSUMME BEZ. LIN.KOEFF.= 363.33333 MIT 2.00000 FG Ib

QUADRATSUMME BEZ. QUADRATISCHEN KOEFF. = 2679.86128 MIT 3.00000 FG

PRUEFGROESSE	SCHWELLENWERTE		ENTSCHEIDUNG	
F(Ia/III)=590.73	F(1;2)=18.5 0.05	F(1;2)=98.5 0.01	+	+
F(Ib/III)=0.07	F(2;2)=19.0		-	
F(Ic/III)=0.52	F(3;3)=19.2		-	

B 60/70

Zielfunktion:	$Y = f(X_1, X_2) = f$ (Vakuum, Bitumenmasse)
Penetration (1/10 mm)	$Y = 63.44 + 2.50\ X_1 + 1.50\ X_2$
EP R+K °C	$Y = 47.79 - 0.52\ X_1 - 0.33\ X_2$
Dyn. Visk. (60°C) (Pa.s)	$Y = 430.30 - 23.18\ X_1 - 18.75\ X_2$
Dyn. Visk. (130°C) (mPa.s)	unbestimmt; die Variablen haben keine Wirkung u./o. die Messergebnisse sind durch Fremdfaktoren verfälscht.

Entsprechend den jeweils verwendeten Variableneinheiten und Variablenniveaus können zusätzlich die nachstehenden Aussagen über die Wirkung der einzelnen Faktoren gemacht werden:

- Höhere Bitumenmasse bewirkt erwartungsgemäss tiefere Konsistenzwerte (Erweichung).

- Stärkeres Vakuum bewirkt höhere Konsistenzwerte (Verhärtung).

- Es besteht keine signifikante Wirkung der letztgenannten Faktoren auf die dynamische Viskosität bei 130°C. Die Ursache hierfür dürfte in der Verfälschung der Messergebnisse bei 130°C infolge einer unvermeidlichen Verflüchtigung der verbliebenen Toluol-Reste während der Temperierung der Probe (1 Std.) liegen.

Zusammenfassend ergibt sich folgendes Bild: Hinsichtlich erweichendem bzw. verhärtendem Einfluss wirken Bitumenmasse und Vakuum in entgegengesetzter Richtung: es liegt nahe, den Einfluss einer höheren Menge an Prüfgut durch den eines stärkeren Vakuums auszugleichen.

ERMITTLUNG POLYNOM 2. GRADES(NICHT ORTHOGONALES COMPOSITE DESIGN)

FAKTOREN U. FAKTORENNIVEAUS IM 2^2 DESIGN

FAKTOREN	FAKTORENNIVEAUS		
	-1	BASISNIVEAU	+1
VAKUUM	20.00	30.00	40.00
BITUMENMASSE	125.00	150.00	175.00

FAKTORENNIVEAUS DER 5 ERGAENZUNGSVERSUCHE
(NICHT ORTHOGONALES COMPOSITE DESIGN)

	-2	BASISNIVEAU	+2
VAKUUM	10.00	30.00	50.00
BITUMENMASSE	100.00	150.00	200.00

BEMERKUNGEN:TEMP.=145 C,DEST.ZEIT=20',TOLUOL,B 60/70

VERSUCHSKOMB.	EIGENSCHAFT: PENETRATION (25 C) 1/10 mm
-1,-1	54.000
1,-1	62.000
-1,1	58.000
1,1	70.000
-2,0	55.000
2,0	60.000
0,-2	57.000
0,2	60.000
0,0	63.000

WIEDERHOLUNGEN: 9 VERSUCHE 1 MAL WIEDERHOLT

AUFSTELLUNG DES POLYNOMS 2. GRADES

REGRESSIONSKOEFF.		STANDARDABWEICHUNG
B0	63.44330	0.86066
B1	2.50000	0.57735
B2	1.50000	0.57735
B1,1	-1.45830	0.32275
B2,2	-1.20830	0.32275
B1,2	1.00000	0.57735

VERSUCHSFEHLERVARIANZ 1.33333 MIT 2.00000 FG

VARIANZANALYTISCHER TEST AUF DAS POL. 2. GRADES

VERSUCHSKOMB.	ERWARTUNGSWERTE Y	BEOBACHTUNGSWERTE Y
-1,-1	64.23500	54.00000
1,-1	67.23500	62.00000
-1,1	65.23500	58.00000
1,1	72.23500	70.00000
-2,0	78.44330	55.00000
2,0	88.44330	60.00000
0,-2	55.61010	57.00000
0,2	61.61010	60.00000
0,0	63.44330	63.00000

BER. DER FEHLERQUADRATSUMME AUFGRUND VON 3.00000 WIEDERHOLUNGEN

0,0	62.00000
0,0	60.00000
0,0	60.00000

GESAMTQUADRATSUMME = 32467.00000 MIT 12.00000 FG

QUADRATSUMME ANPASSUNGSDEFEKT= 49.38233 MIT 4.00000 FG II

FEHLERQUADRATSUMME = 2.66667 MIT 2.00000 FG III

QUADRATSUMME DER REGRESSIONSWERTE = 32414.95100 MIT 6.00000 FG

QUADRATSUMME DER REGRESSIONSWERTE SETZT SICH AUS FOLGENDEN ANTEILEN ZUSAMMEN:

QUADRATSUMME BEZ.BO = 32280.03805 MIT 1.00000 FG Ia

QUADRATSUMME BEZ. LIN.KOEFF.= 102.00000 MIT 2.00000 FG Ib

QUADRATSUMME BEZ. QUADRATISCHEN KOEFF. = 32.91295 MIT 3.00000 FG Ic

PRUEFGROESSE	SCHWELLENWERTE		ENTSCHEIDUNG	
F(Ia/III)=12105	F(1,2)=18.5 0.05	F(1;2)=98.5 0.01	+	+
F(Ib/III)=38.25	F(2;2)=19.0 0.05	F(2,2)=99.0 0.01	+	-
F(Ic/III)=12.3	F(3;2)=19.2 0.05	F(3;2)=99.2 0.01	-	-

ERMITTLUNG POLYNOM 2. GRADES(NICHT ORTHOGONALES COMPOSITE DESIGN)

FAKTOREN U. FAKTORENNIVEAUS IM 2^2 DESIGN

FAKTOREN	FAKTORENNIVEAUS		
	-1	BASISNIVEAU	+1
VAKUUM	20.00	30.00	40.00
BITUMENMASSE	125.00	150.00	175.00

FAKTORENNIVEAUS DER 5 ERGAENZUNGSVERSUCHE
(NICHT ORTHOGONALES COMPOSITE DESIGN)

	-2	BASISNIVEAU	+2
VAKUUM	10.00	30.00	50.00
BITUMENMASSE	100.00	150.00	200.00

BEMERKUNGEN:TEMP.=145 C,DEST.ZEIT=20',TOLUOL,B 60/70

VERSUCHSKOMB.	EIGENSCHAFT: EP R&K °C
-1,-1	49.400
1,-1	47.900
-1,1	48.600
1,1	46.700
-2,0	49.200
2,0	47.800
0,-2	49.300
0,2	48.300
0,0	47.900

WIEDERHOLUNGEN: 9 VERSUCHE 1 MAL WIEDERHOLT

AUFSTELLUNG DES POLYNOMS 2. GRADES

REGRESSIONSKOEFF.		STANDARDABWEICHUNG
B0	47.78830	0.07454
B1	-0.51667	0.05000
B2	-0.33333	0.05000
B1,1	0.17092	0.02795
B2,2	0.24598	0.02795
B1,2	-0.10000	0.05000

VERSUCHSFEHLERVARIANZ 0.01000 MIT 2.00000 FG

VARIANZANALYTISCHER TEST AUF DAS POL. 2. GRADES

VERSUCHSKOMB.	ERWARTUNGSWERTE Y	BEOBACHTUNGSWERTE Y
-1,-1	53.78427	49.40000
1,-1	52.95094	47.90000
-1,1	53.31761	48.60000
1,1	52.08428	46.70000
-2,0	68.82163	49.20000
2,0	66.75497	47.80000
0,-2	49.43887	49.30000
0,2	48.10553	48.30000
0,0	47.78830	47.90000

BER. DER FEHLERQUADRATSUMME AUFGRUND VON 3.00000 WIEDERHOLUNGEN

0,0	48.10000
0,0	48.20000
0,0	48.00000

GESAMTQUADRATSUMME = 21040.89000 MIT 12.00000 FG

QUADRATSUMME ANPASSUNGSDEFEKT= 1.05195 MIT 4.00000 FG II

FEHLERQUADRATSUMME = 0.02000 MIT 2.00000 FG III

QUADRATSUMME DER REGRESSIONSWERTE = 21039.81805 MIT 6.00000 FG

QUADRATSUMME DER REGRESSIONSWERTE SETZT SICH AUS FOLGENDEN ANTEILEN ZUSAMMEN:

QUADRATSUMME BEZ.B0 = 21034.48704 MIT 1.00000 FG Ia

QUADRATSUMME BEZ. LIN.KOEFF.= 4.53665 MIT 2.00000 FG Ib

QUADRATSUMME BEZ. QUADRATISCHEN KOEFF. = 0.79436 MIT 3.00000 FG Ic

PRUEFGROESSE	SCHWELLENWERTE		ENTSCHEIDUNG	
F(Ia/III)=1051724	F(1;2)=18.5 0.05	F(1;2)=98.5 0.01	+	+
F(Ib/III)=226.8	F(2;2)=19.0 0.05	F(2;2)=99.0 0.01	+	+
F(Ic/III)=39.7	F(3;2)=19.2 0.05	F(3;2)=99.2 0.01	+	-

ERMITTLUNG POLYNOM 2. GRADES(NICHT ORTHOGONALES COMPOSITE DESIGN)

FAKTOREN U. FAKTORENNIVEAUS IM 2^2 DESIGN

FAKTOREN	FAKTORENNIVEAUS		
	-1	BASISNIVEAU	+1
VAKUUM	20.00	30.00	40.00
BITUMENMASSE	125.00	150.00	175.00

FAKTORENNIVEAUS DER 5 ERGAENZUNGSVERSUCHE
(NICHT ORTHOGONALES COMPOSITE DESIGN)

	-2	BASISNIVEAU	+2
VAKUUM	10.00	30.00	50.00
BITUMENMASSE	100.00	150.00	200.00

BEMERKUNGEN:TEMP.=145 C,DEST.ZEIT=20',TOLUOL,B 60/70

VERSUCHSKOMB.	EIGENSCHAFT:DYN.VISK,.(60 C,1 SEK-1)
-1,-1	516.400 Pa.S
1,-1	397.200
-1,1	450.200
1,1	344.200
-2,0	483.300
2,0	456.800
0,-2	470.000
0,2	417.100
0,0	456.800

WIEDERHOLUNGEN: 9 VERSUCHE 1 MAL WIEDERHOLT

AUFSTELLUNG DES POLYNOMS 2. GRADES

REGRESSIONSKOEFF.		STANDARDABWEICHUNG
B0	430.30300	24.35220
B1	-23.18330	16.33595
B2	-18.75000	16.33595
B1,1	8.27974	9.13207
B2,2	1.65525	9.13207
B1,2	3.30000	16.33595

VERSUCHSFEHLERVARIANZ 1067.45333 MIT 2.00000 FG

VARIANZANALYTISCHER TEST AUF DAS POL. 2. GRADES

VERSUCHSKOMB.	ERWARTUNGSWERTE Y	BEOBACHTUNGSWERTE Y
-1,-1	482.19155	516.40000
1,-1	429.22495	397.20000
-1,1	438.09155	450.20000
1,1	398.32495	344.20000
-2,0	496.66960	483.30000
2,0	403.93640	456.80000
0,-2	474.42400	470.00000
0,2	399.42400	417.10000
0,0	430.30300	456.80000

BER. DER FEHLERQUADRATSUMME AUFGRUND VON 3.00000 WIEDERHOLUNGEN

0,0	463.40000
0,0	456.80000
0,0	403.80000

GESAMTQUADRATSUMME = 1791374.26000 MIT 12.00000 FG

QUADRATSUMME ANPASSUNGSDEFEKT= 6789.90333 MIT 4.00000 FG II

FEHLERQUADRATSUMME = 2134.90667 MIT 2.00000 FG III

QUADRATSUMME DER REGRESSIONSWERTE = 1782449.45000 MIT 6.00000 FG

QUADRATSUMME DER REGRESSIONSWERTE SETZT SICH AUS FOLGENDEN ANTEILEN ZUSAMMEN:

QUADRATSUMME BEZ.B0 = 1770654.03597 MIT 1.00000 FG Ia

QUADRATSUMME BEZ. LIN.KOEFF.= 10668.34000 MIT 2.00000 FG Ib

QUADRATSUMME BEZ. QUADRATISCHEN KOEFF. = 1127.07403 MIT 3.00000 FG Ic

PRUEFGROESSE	SCHWELLENWERTE		ENTSCHEIDUNG	
F(Ia/III)=829.4	F(1;2)=18.5 0.05	F(1;2)=98.5 0.01	+	+
F(Ib/III)=4.99	F(2;2)=19.0 0.05	F(2;2)= 99.0 0.01	-	
F(Ic/III)=0.52	F(3;2)=19.2 0.05		-	

ERMITTLUNG POLYNOM 2. GRADES(NICHT ORTHOGONALES COMPOSITE DESIGN)

FAKTOREN U. FAKTORENNIVEAUS IM 2^2 DESIGN

FAKTOREN	FAKTORENNIVEAUS		
	-1	BASISNIVEAU	+1
VAKUUM	20.00	30.00	40.00
BITUMENMASSE	125.00	150.00	175.00

FAKTORENNIVEAUS DER 5 ERGAENZUNGSVERSUCHE
(NICHT ORTHOGONALES COMPOSITE DESIGN)

	-2	BASISNIVEAU	+2
VAKUUM	10.00	30.00	50.00
BITUMENMASSE	100.00	150.00	200.00

BEMERKUNGEN:TEMP.=145 C,DEST.ZEIT=20',TOLUOL,B 60/70

VERSUCHSKOMB.	EIGENSCHAFT:DYN.VISK.(130C,100 SEK-1 mPa.S
-1,-1	860.600
1,-1	761.300
-1,1	827.500
1,1	728.200
-2,0	794.400
2,0	860.600
0,-2	860.600
0,2	827.500
0,0	893.700

WIEDERHOLUNGEN: 9 VERSUCHE 1 MAL WIEDERHOLT

AUFSTELLUNG DES POLYNOMS 2. GRADES

REGRESSIONSKOEFF.		STANDARDABWEICHUNG
B0	831.17000	24.67128
B1	-5.51666	16.55000
B2	-11.03330	16.55000
B1,1	-4.82325	9.25173
B2,2	-0.68575	9.25173
B1,2	0.00000	16.55000

VERSUCHSFEHLERVARIANZ 1095.61000 MIT 2.00000 FG

VARIANZANALYTISCHER TEST AUF DAS POL. 2. GRADES

VERSUCHSKOMB.	ERWARTUNGSWERTE Y	BEOBACHTUNGSWERTE Y
-1,-1	852.03421	860.60000
1,-1	841.00089	761.30000
-1,1	829.96761	827.50000
1,1	818.93429	728.20000
-2,0	862.20332	794.40000
2,0	840.13668	860.60000
0,-2	850.49360	860.60000
0,2	806.36040	827.50000
0,0	831.17000	893.70000

BER. DER FEHLERQUADRATSUMME AUFGRUND VON 3.00000 WIEDERHOLUNGEN

0,0	794.40000
0,0	827.50000
0,0	761.30000

GESAMTQUADRATSUMME = 6131033.56000 MIT 12.00000 FG

QUADRATSUMME ANPASSUNGSDEFEKT= 18462.02800 MIT 4.00000 FG II

FEHLERQUADRATSUMME = 2191.22000 MIT 2.00000 FG III

QUADRATSUMME DER REGRESSIONSWERTE = 6110380.31200 MIT 6.00000 FG

QUADRATSUMME DER REGRESSIONSWERTE SETZT SICH AUS FOLGENDEN ANTEILEN ZUSAMMEN:

QUADRATSUMME BEZ.BO = 6108133.90952 MIT 1.00000 FG Ia

QUADRATSUMME BEZ. LIN.KOEFF.= 1826.00200 MIT 2.00000 FG Ib

QUADRATSUMME BEZ. QUADRATISCHEN KOEFF. = 420.40048 MIT 3.00000 FG Ic

PRUEFGROESSE	SCHWELLENWERTE		ENTSCHEIDUNG	
F(Ia/III)=2787	F(1;2)=18.5 0.05	F(1;2)=98.5 0.01	+	+
F(Ib/III)=0.83	F(2;2)=19.0 0.05		-	
F(Ic/III)=0.19	F(3;2)=19.2 0.05		-	

25.4. Vergleich der Höhenlinien der jeweiligen Zielfunktion = Konstant. Anschliessende Parameteroptimierung

Von entscheidender Bedeutung ist der Vergleich der Höhenlinien der untersuchten Zielfunktionen, weil dadurch die Gesetzmässigkeit der gegenseitigen Beeinflussung höherer Mengen an Prüfgut durch stärkeres Vakuum und umgekehrt unmittelbar aufgefunden werden kann.

Als wichtiger Befund bezüglich der Parameteroptimierung gilt:

- Ausgehend von einer Menge an Prüfgut von 100 g macht bei sonst gleichbleibenden Prüfbedingungen (Abb. 29-34) eine gestaffelte Erhöhung der Bitumenmasse um 25 g, die Herabsetzung des Vakuums um ca. 5.4 mbar (B 80/100) bzw. 6.75 mbar (B 60/70) erforderlich.

Tabelle 12: Zusammenstellung der Höhenliniengleichungen X_1 (X_2) bei Y = Konst. (Vakuum = f (Bitumenmasse)

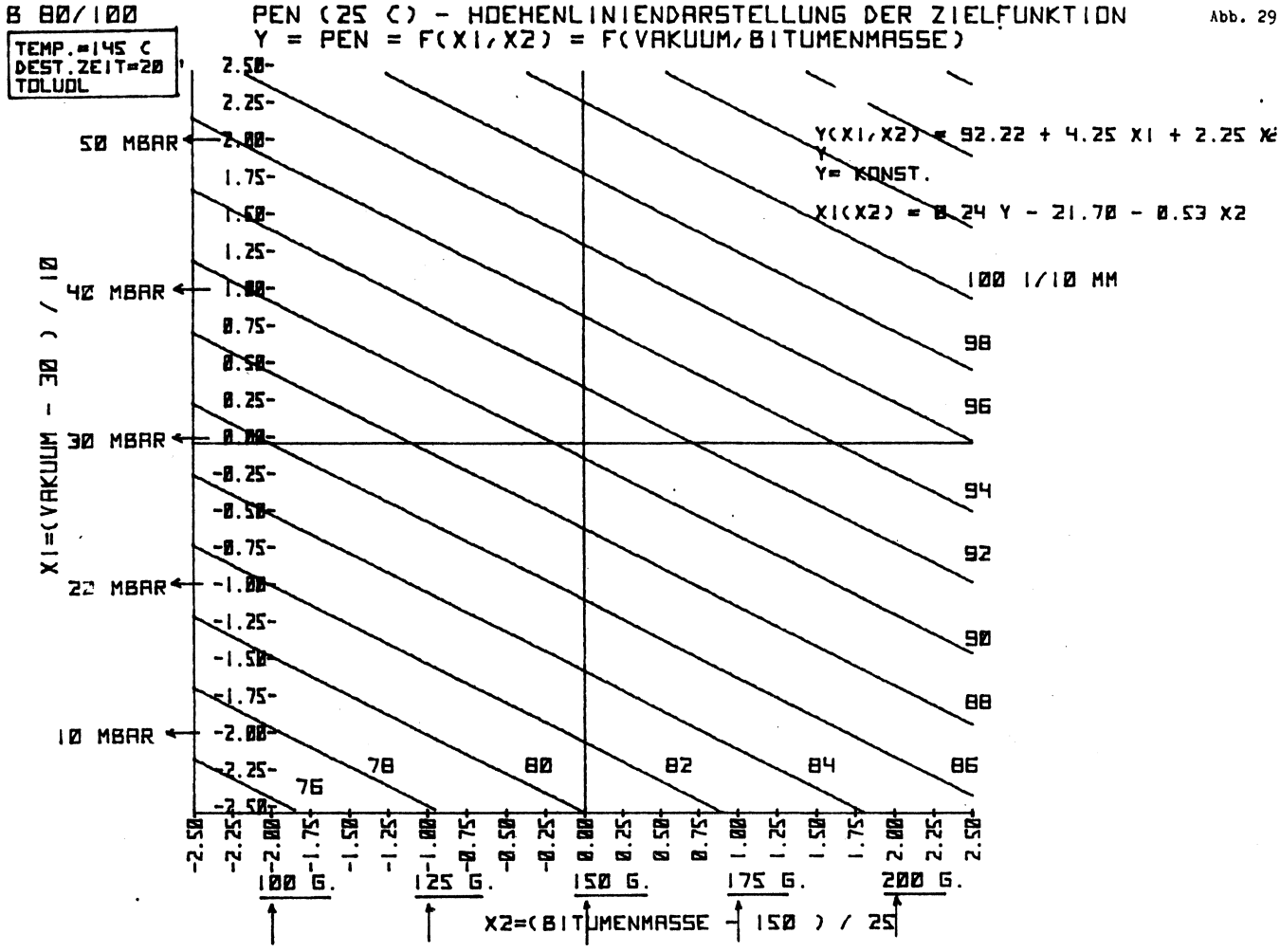
B 80/100

Zielfunktion	X_1 (X_2) bei Y = Konst.	Eine Erhöhung von X_2 um 1 Einheit (+ 25 g) wird durch eine entsprechende Verringerung von X_1 um .... ausgeglichen
Penetration (25°C) 1/10 mm	X_1 (X_2) = 0.24 x Y - 21.70 - 0.53 x X_2	- 0.53 (- 5.3 mbar)
EP R+K °C	X_1 (X_2) = 81.09 - 1.85 x Y - 0.61 x X_2	- 0.61 (- 6.1 mbar)
Dyn.Visk. (60°C) Pa.s	X_1 (X_2) = 15.77 - 0.08 x Y - 0.48 x X_2	- 0.48 (- 4.8 mbar)

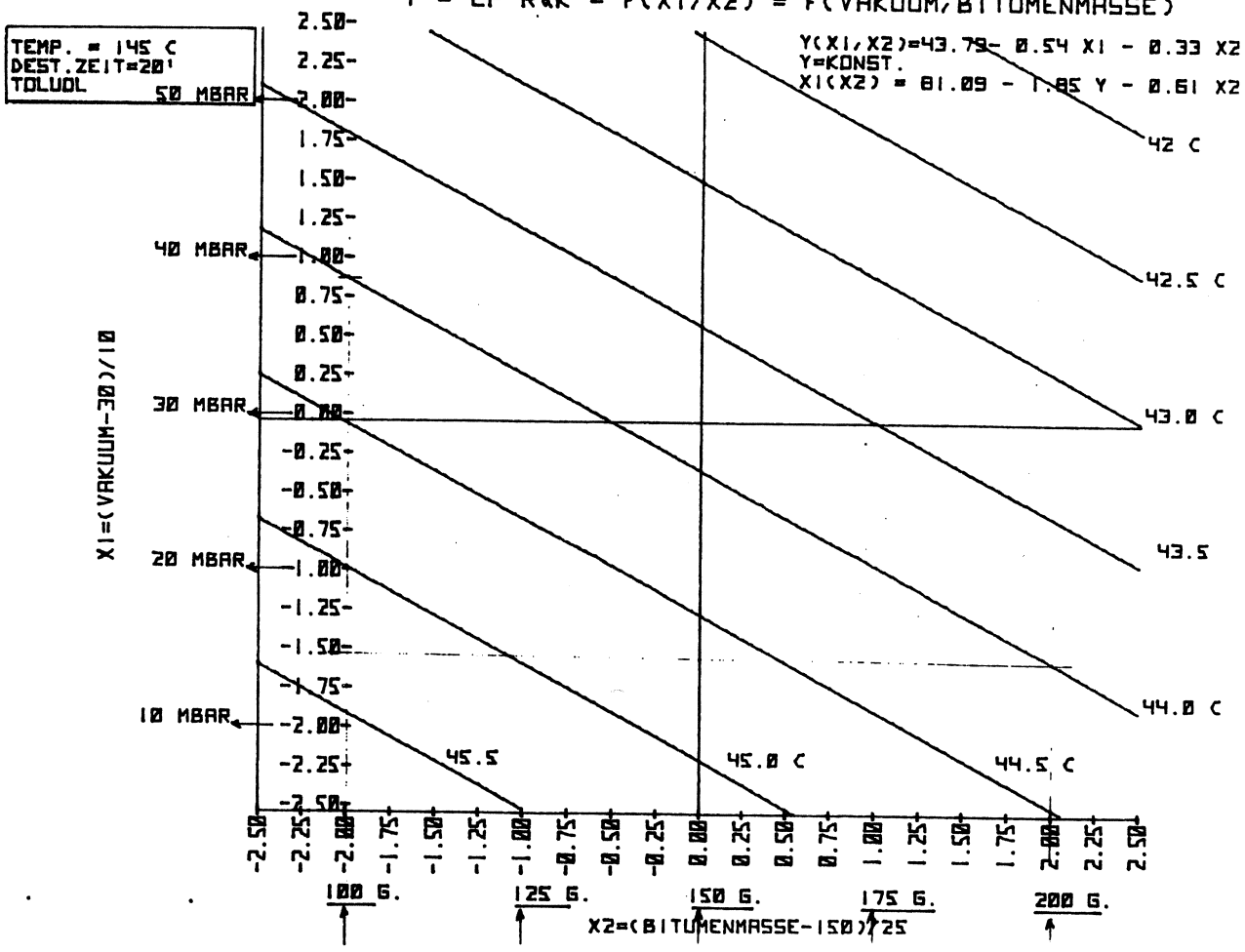
B 60/70

Zielfunktion	X_1 (X_2) bei Y = Konst.	Eine Erhöhung von X_2 um 1 Einheit (+ 25 g) wird durch eine entsprechende Verringerung von X_1 um .... ausgeglichen
Penetration (25°C) 1/10 mm	X_1 (X_2) = 0.40 x Y - 25.38 - 0.60 x X_2	- 0.60 (- 6.0 mbar)
EP R+K °C	X_1 (X_2) = 91.90 - 1.92 x Y - 0.63 x X_2	- 0.63 (- 6.3 mbar)
Dyn.Visk. (60°C) Pa.s	X_1 (X_2) = 18.56 - 0.043 x Y - 0.80 x X_2	- 0.80 (- 8.0 mbar)

B 80/100 PEN (25 C) - HOEHENLINIENDARSTELLUNG DER ZIELFUNKTION Abb. 29
Y = PEN = F(X1,X2) = F(VAKUUM,BITUMENMASSE)



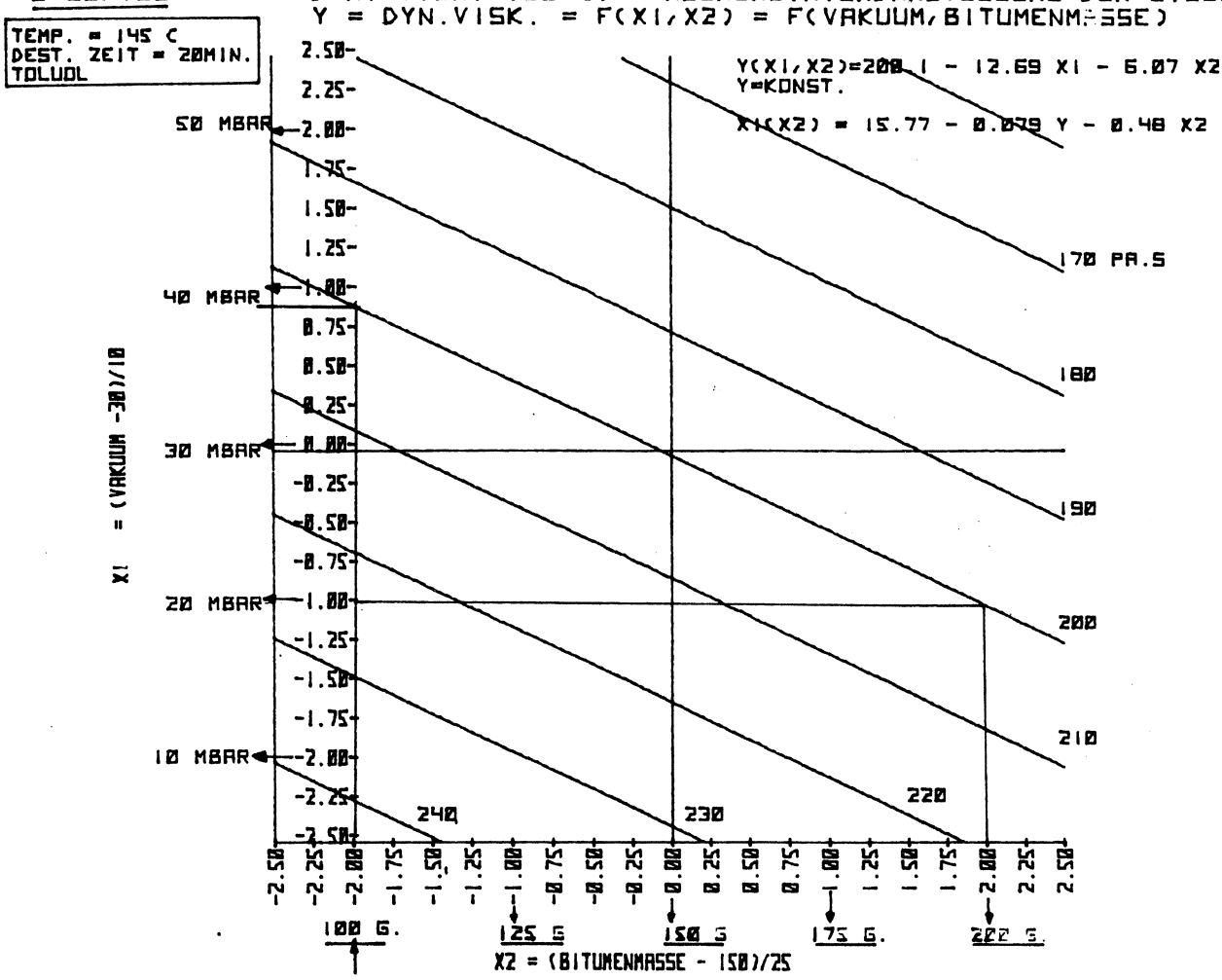
B 80/100 EP R&K - HOEHENLINIENDARSTELLUNG DER ZIELFUNKTION Abb. 30
Y = EP R&K = F(X1,X2) = F(VAKUUM,BITUMENMASSE)



B 80/100

DYN. VISK. (60 C) - HOEHENLINIENDARSTELLUNG DER ZIELFUNKTION
Y = DYN.VISK. = F(X1,X2) = F(VAKUUM,BITUMENMASSE)

Abb. 31



B 60/70

PEN (25 C) - HOEHENLINIENDARSTELLUNG DER ZIELFUNKTION
Y = PEN = F(X1,X2) = F(VAKUUM,BITUMENMASSE)

Abb. 32

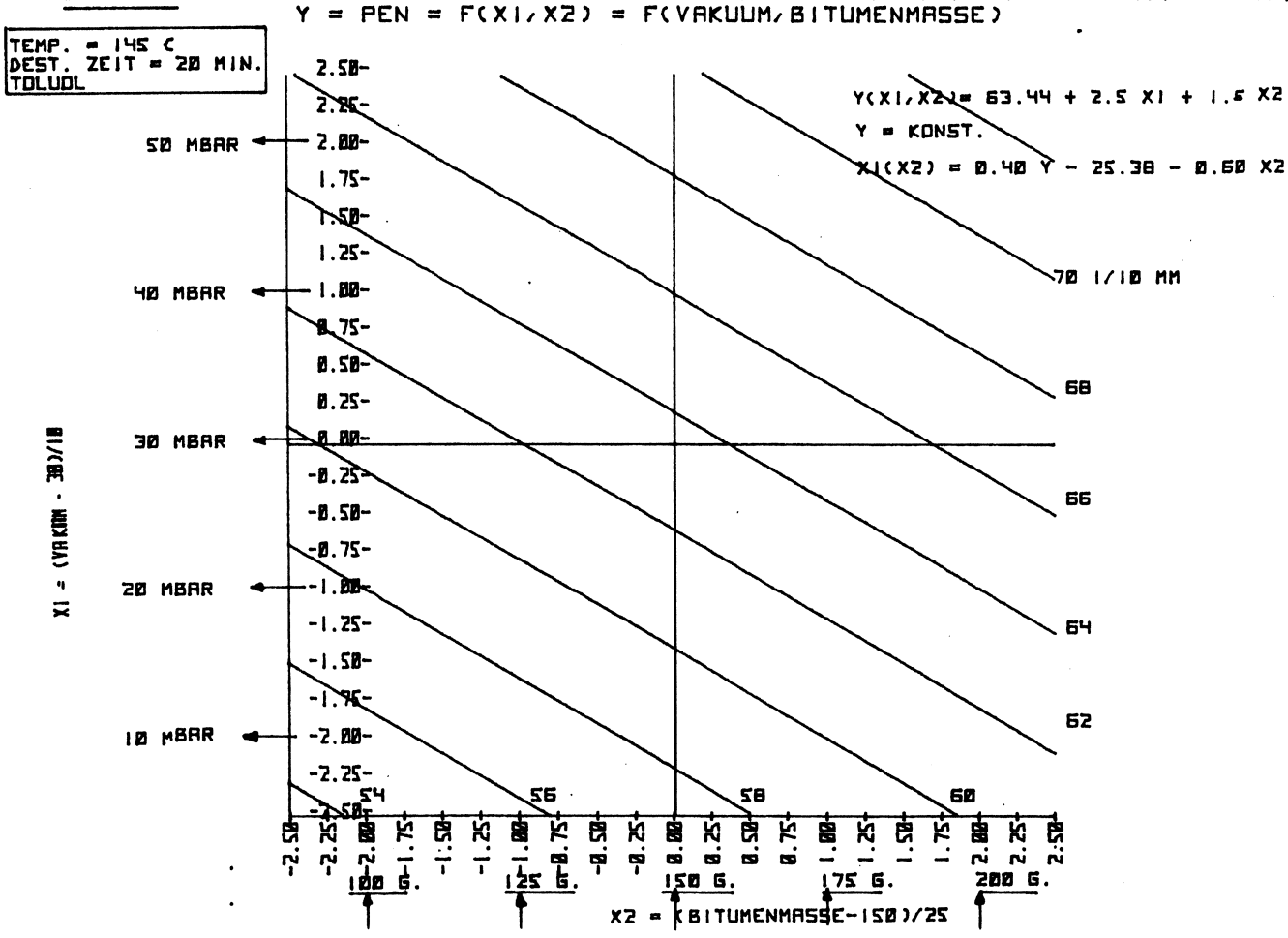


Abb. 33

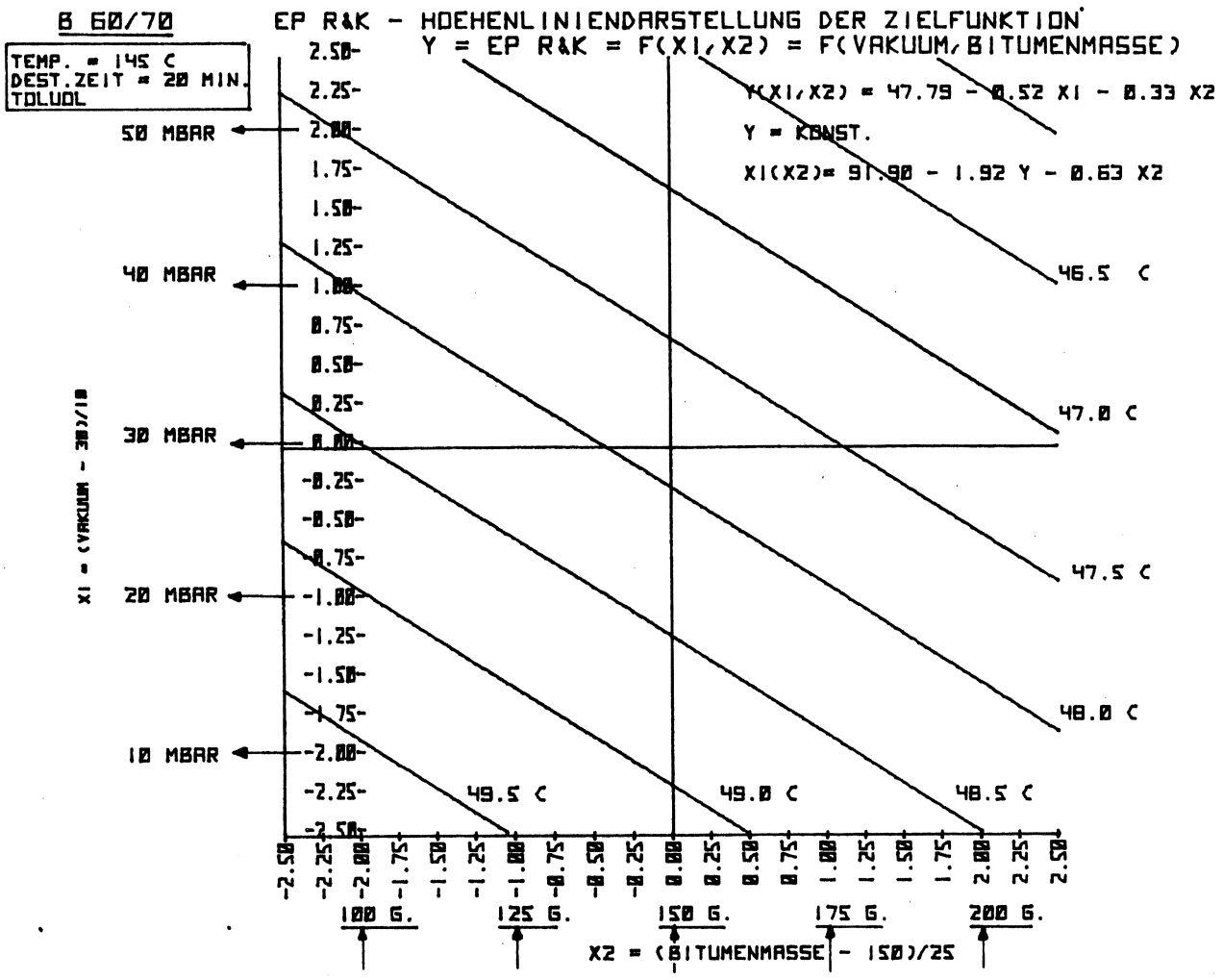
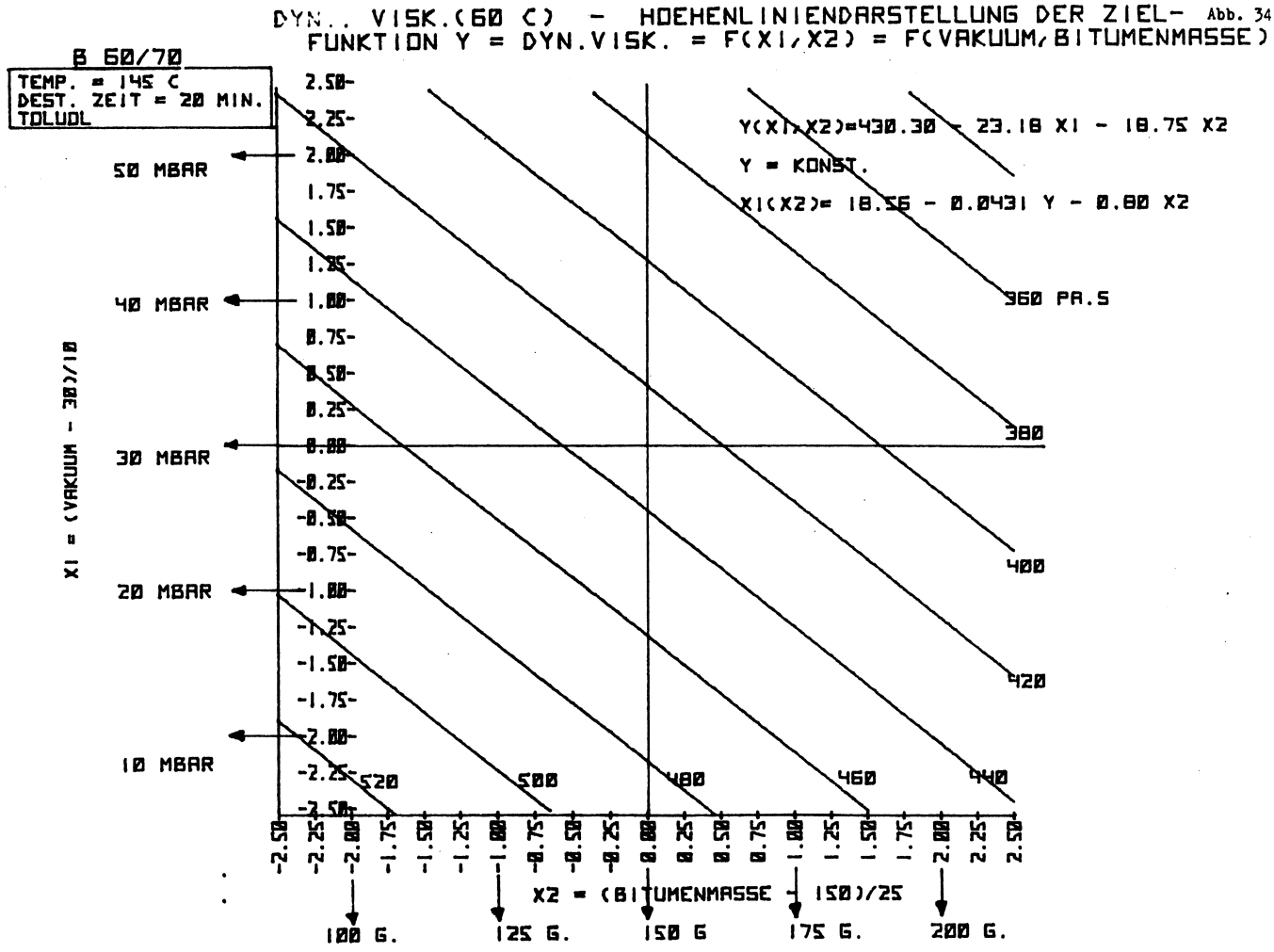

B 60/70
TEMP. = 145 C
DEST.ZEIT = 20 MIN.
TOLUOL
EP R&K - HOEHENLINIENDARSTELLUNG DER ZIELFUNKTION
Y = EP R&K = F(X1,X2) = F(VAKUUM,BITUMENMASSE)
Y(X1,X2) = 47.79 - 0.52 X1 - 0.33 X2
Y = KONST.
X1(X2)= 91.90 - 1.92 Y - 0.63 X2
46.5 C
47.0 C
47.5 C
48.0 C
49.5 C
49.0 C
48.5 C
50 MBAR
40 MBAR
30 MBAR
20 MBAR
10 MBAR
X1 = (VAKUUM - 30)/10
100 G.
125 G.
150 G.
175 G.
200 G.
X2 = (BITUMENMASSE - 150)/25

Abb. 34


DYN.. VISK.(60 C) - HOEHENLINIENDARSTELLUNG DER ZIEL-
FUNKTION Y = DYN.VISK. = F(X1,X2) = F(VAKUUM,BITUMENMASSE)
B 60/70
TEMP. = 145 C
DEST. ZEIT = 20 MIN.
TOLUOL
Y(X1,X2)=430.30 - 23.18 X1 - 18.75 X2
Y = KONST.
X1(X2)= 18.56 - 0.0431 Y - 0.80 X2
360 PA.S
380
400
420
440
460
480
500
520
50 MBAR
40 MBAR
30 MBAR
20 MBAR
10 MBAR
X1 = (VAKUUM - 30)/10
100 G.
125 G.
150 G
175 G.
200 G.
X2 = (BITUMENMASSE - 150)/25

25.5. Experimentelle Bestätigung der Parameteroptimierung betreffend Prüfgutmenge im Zusammenhang mit dem anzupassenden Druck

Es wurde aufgrund der im 25.4. erwähnten Gesetzmässigkeit eine Versuchsreihe von 5 Versuchen (Bindemittelrückgewinnung) durchgeführt, wobei, ausgehend von einer Bitumenmasse von 100 g und einem entsprechenden Vakuum von 40 mbar (B 80/100) bzw. 33 mbar (B 60/70) unter Konstanthaltung der anderen Faktoren, die Bitumenmasse von 100 g auf 200 g bei einer Abstufung von 25 g erhöht wurde.

Tabelle 13 : Experimentelle Bestätigung der Parameteroptimierung

B 80/100:

Viskositätskennwerte im Originalzustand	Pen (25°C)	= 89 1/10 mm
	EP R+K	= 44 °C
	Dyn.Visk. (60°C)	= 212 Pa.s

Destillationsbedingungen	Pen (25°C)	EP R+K	Dyn.Visk. (60°C)
	am wiedergewonnenen Bindemittel		
145°C, 40 mbar, 20 Min., 100 g, Toluol	92 1/10mm	43.7 °C	179 Pa.s
145°C, 35 mbar, 20 Min., 125 g, Toluol	95 1/10 mm	43.5 °C	218 Pa.s
145°C, 29 mbar, 20 Min., 150 g, Toluol	98 1/10 mm	43.5 °C	172 Pa.s
145°C, 24 mbar, 20 Min., 175 g, Toluol	97 1/10 mm	43.1 °C	218 Pa.s
145°C, 18 mbar, 20 Min., 200 g, Toluol	98 1/10 mm	43.1 °C	185 Pa.s
Wiederholbarkeit = (2.77 x Standardabweichung)	± 2.77 x 5.56 = ± 15.4 1/10 mm	± 2.77 x 0.42 = ± 1.16 °C	± 2.77 x 10.61 = ± 29.39 Pa.s

B 60/70:

Viskositätskennwerte im Ausgangszustand

Pen (25°C) = 60 1/10 mm
EP R+K = 49.5 °C
Dyn.Visk. (60°C) = 493 Pa.s

Destillationsbedingungen	Pen (25°C) am wiedergewonnenen Bindemittel	EP R+K am wiedergewonnenen Bindemittel	Dyn.Visk. (60°C) am wiedergewonnenen Bindemittel
145°C, 33 mbar, 20 Min., 100 g, Toluol	65 1/10mm	48.4 °C	457 Pa.s
145°C, 26 mbar, 20 Min., 125 g, Toluol	66 1/10 mm	47.7 °C	417 Pa.s
145°C, 19 mbar, 20 Min., 150 g, Toluol	66 1/10 mm	47.7 °C	417 Pa.s
145°C, 12 mbar, 20 Min., 175 g, Toluol	60 1/10 mm	47.8 °C	390 Pa.s
145°C, 5 mbar, 20 Min., 200 g, Toluol	60 1/10 mm	48.6 °C	510 Pa.s
Wiederholbarkeit (2.77 x Standardabweichung)	± 2.77 x 1.50 = ± 4.1 1/10 mm	± 2.77 x 0.68 = ± 1.88 °C	± 2.77 x 60.55 = ± 168 Pa.s

Grundsätzlich halten sich die festgestellten Viskositätskennwerte im Vergleich zum Ausgangsbitumen, bei beiden Bitumensorten, im Rahmen der Wiederholbarkeit (= 2.77 x Wiederholstandardabweichung); damit ist bewiesen, dass der Einfluss der Menge an Prüfgut auf die Endviskosität durch Anpassung des Druckes weitgehend ausgeschaltet werden kann.

25.6. Aufstellung der Regressionsgleichung zweiten Grades Y = Zielfunktion = f (Temp., Vakuum) unter Konstanthaltung der Menge an Prüfgut an der oberen Grenze (200 g)

Erläuterungen zu Beispielen B 80/100 / Toluol und B 60/70 / Toluol

Der Vollständigkeit halber, wurde in Ergänzung zu 25.2. ein weiterer faktorieller Versuchsplan, zur schrittweisen Präzisierung der Regressionsgleichung bei verhältnismässig hoher Menge an Prüfgut (= 200 g), zur Auffindung des Optimums (Festlegung der Parameter, Temperatur und Druck entsprechend dem optimalen Zustand), durchgeführt:

Versuch	Temperatur °C	Vakuum mbar	kodifizierte Bezeichnung der Faktorenniveaus
1	120	20	- 1, - 1
2	150	20	1, - 1
3	120	40	- 1, 1
4	150	40	1, 1
5	105	30	- 2, 0
6	165	30	+ 2, 0
7	135	10	0, - 2
8	135	50	0, + 2
9	135	30	0, 0

Die funktionellen Zusammenhänge zwischen der Zielfunktion (Viskositätskennwerte Penetration (25°C), Erweichungspunkt R+K, dynamische Viskosität (60°C), dynamische Viskosität (130°C) und den hier signifikanten Faktoren Temperatur und Druck wurden mittels der zur Verfügung stehenden Auswertungsprogramme mathematisch aufgestellt (vgl. Tabelle 14).

Tabelle 14 : Zusammenstellung der Regressionsgleichungen 1. Ordnung bzw. 2. Ordnung $Y = f(X_1; X_2)$
$= f$ (Temperatur, Vakuum)

B 80/100 bei konstanter Bitumenmasse von 200 g

Zielfunktion:	$Y = f(X_1, X_2) = f$ (Temperatur, Vakuum)
Penetration (25°C) (1/10 mm)	$Y = 92.78 - 4.42\ X_1 + 6.25\ X_2 + 0.35\ X_1^2 + 3.23\ X_2^2 - 1.75\ X_1X_2$
EP R+K °C	$Y = 44.22 + 0.36\ X_1 - 0.52\ X_2$
Dyn.Visk. (60°C) (Pa.s)	$Y = 211.10 + 14.36\ X_1 - 9.92\ X_2$
Dyn.Visk. (130°C) (mPa.s)	unbestimmt; die Variablen haben keine Wirkung u./o. die Messergebnisse sind durch äussere Einflüsse verfälscht.

Bemerkung: Definitionsgleichungen von

$$X_1 = \frac{(\text{Temperatur} - 135)}{15}$$

$$X_2 = \frac{(\text{Vakuum} - 30)}{10}$$

B 60/70

Zielfunktion:	$Y = f(X_1, X_2) = f$ (Temperatur, Vakuum)
Penetration (25°C) (1/10 mm)	$Y = 59.78 - 4.17\ X_1 + 2.50\ X_2 + 1.48\ X_1^2 + 1.85\ X_2^2 - 2.00\ X_1 \times X_2$
EP R+K °C	$Y = 48.09 + 0.45\ X_1 - 0.27\ X_2$
Dyn.Visk. (60°C) (Pa.s)	$Y = 375.86 + 19.86\ X_1 - 27.59\ X_2$
Dyn.Visk. (130°C) (mPa.s)	unbestimmt; die Variablen haben keine Wirkung u./o. die Messergebnisse sind durch äussere Einflüsse verfälscht.

ERMITTLUNG POLYNOM 2. GRADES(NICHT ORTHOGONALES COMPOSITE DESIGN)

FAKTOREN U. FAKTORENNIVEAUS IM 2^2 DESIGN

FAKTOREN		FAKTORENNIVEAUS	
	-1	BASISNIVEAU	+1
TEMP.	120.00	135.00	150.00
VAKUUM	20.00	30.00	40.00

FAKTORENNIVEAUS DER 5 ERGAENZUNGSVERSUCHE
(NICHT ORTHOGONALES COMPOSITE DESIGN)

	-2	BASISNIVEAU	+2
TEMP.	105.00	135.00	165.00
VAKUUM	10.00	30.00	50.00

BEMERKUNGEN:B 80/100,PROBEEINWAAGE=200 G.,TOLUOL,DEST.ZEIT=20'

VERSUCHSKOMB.	EIGENSCHAFT: PENETRATION(25 C) 1/10 mm
-1,-1	89.000
1,-1	88.000
-1,1	97.000
1,1	89.000
-2,0	108.000
2,0	86.000
0,-2	92.000
0,2	125.000
0,0	104.000

WIEDERHOLUNGEN: 9 VERSUCHE 1 MAL WIEDERHOLT

AUFSTELLUNG DES POLYNOMS 2. GRADES

REGRESSIONSKOEFF.		STANDARDABWEICHUNG
B0	92.77630	1.55158
B1	-4.41666	1.04083
B2	6.25000	1.04083
B1,1	0.35452	0.58184
B2,2	3.22957	0.58184
B1,2	-1.75000	1.04083

VERSUCHSFEHLERVARIANZ 4.33333 MIT 2.00000 FG

VARIANZANALYTISCHER TEST AUF DAS POL. 2. GRADES

VERSUCHSKOMB.	ERWARTUNGSWERTE Y	BEOBACHTUNGSWERTE Y
-1,-1	97.42253	89.00000
1,-1	92.08921	88.00000
-1,1	113.42253	97.00000
1,1	101.08921	89.00000
-2,0	121.60962	108.00000
2,0	103.94298	86.00000
0,-2	93.19458	92.00000
0,2	118.19458	125.00000
0,0	92.77630	104.00000

BER. DER FEHLERQUADRATSUMME AUFGRUND VON 3.00000 WIEDERHOLUNGEN

0,0	104.00000
0,0	101.00000
0,0	105.00000

GESAMTQUADRATSUMME = 86960.00000 MIT 12.00000 FG

QUADRATSUMME ANPASSUNGSDEFEKT= 399.34933 MIT 4.00000 FG II

FEHLERQUADRATSUMME = 8.66667 MIT 2.00000 FG III

QUADRATSUMME DER REGRESSIONSWERTE = 86551.98400 MIT 6.00000 FG

QUADRATSUMME DER REGRESSIONSWERTE SETZT SICH AUS FOLGENDEN ANTEILEN ZUSAMMEN:

QUADRATSUMME BEZ.BO = 85653.58556 MIT 1.00000 FG Ia

QUADRATSUMME BEZ. LIN.KOEFF.= 702.83200 MIT 2.00000 FG Ib

QUADRATSUMME BEZ. QUADRATISCHEN KOEFF. = 195.56644 MIT 3.00000 FG Ic

PRUEFGROESSE	SCHWELLENWERTE		ENTSCHWIDUNG	
F(Ia/III)=9882	F(1;2)=18.5 0.05	F(1;2)=98.5 0.01	+	+
F(Ib/III)=81.09	F(2;2)=19.0 0.05	F(2;2)=99.0 0.01	+	-
F(Ic/III)=22.56	F(3;2)=19.2 0.05	F(3;2)=99.2 0.01	+	-

ERMITTLUNG POLYNOM 2. GRADES(NICHT ORTHOGONALES COMPOSITE DESIGN)

FAKTOREN U. FAKTORENNIVEAUS IM 2^2 DESIGN

FAKTOREN	FAKTORENNIVEAUS		
	-1	BASISNIVEAU	+1
TEMP.	120.00	135.00	150.00
VAKUUM	20.00	30.00	40.00

FAKTORENNIVEAUS DER 5 ERGAENZUNGSVERSUCHE
(NICHT ORTHOGONALES COMPOSITE DESIGN)

	-2	BASISNIVEAU	+2
TEMP.	105.00	135.00	165.00
VAKUUM	10.00	30.00	50.00

BEMERKUNGEN:B 80/100,PROBEEINWAAGE=200 G.,TOLUOL,DEST.ZEIT=20'

VERSUCHSKOMB.	EIGENSCHAFT: EP R&K C
-1,-1	44.300
1,-1	43.900
-1,1	43.800
1,1	44.200
-2,0	42.100
2,0	44.300
0,-2	43.000
0,2	40.000
0,0	43.000

WIEDERHOLUNGEN: 9 VERSUCHE 1 MAL WIEDERHOLT

AUFSTELLUNG DES POLYNOMS 2. GRADES

REGRESSIONSKOEFF.		STANDARDABWEICHUNG
B0	44.22100	0.45542
B1	0.36667	0.30551
B2	-0.51667	0.30551
B1,1	-0.17903	0.17078
B2,2	-0.60408	0.17078
B1,2	0.20000	0.30551

VERSUCHSFEHLERVARIANZ 0.37333 MIT 2.00000 FG

VARIANZANALYTISCHER TEST AUF DAS POL. 2. GRADES

VERSUCHSKOMB.	ERWARTUNGSWERTE Y	BEOBACHTUNGSWERTE Y
-1,-1	48.96693	44.30000
1,-1	49.30026	43.90000
-1,1	47.53359	43.80000
1,1	48.66693	44.20000
-2,0	63.48767	42.10000
2,0	64.95433	44.30000
0,-2	42.83803	43.00000
0,2	40.77137	40.00000
0,0	44.22100	43.00000

BER. DER FEHLERQUADRATSUMME AUFGRUND VON 3.00000 WIEDERHOLUNGEN

0,0	43.00000
0,0	42.90000
0,0	42.50000

GESAMTQUADRATSUMME = 16794.68000 MIT 12.00000 FG

QUADRATSUMME ANPASSUNGSDEFEKT= 5.76855 MIT 4.00000 FG II

FEHLERQUADRATSUMME = 0.14000 MIT 2.00000 FG III

QUADRATSUMME DER REGRESSIONSWERTE = 16788.77145 MIT 6.00000 FG

QUADRATSUMME DER REGRESSIONSWERTE SETZT SICH AUS FOLGENDEN ANTEILEN ZUSAMMEN:

QUADRATSUMME BEZ.BO = 16778.72705 MIT 1.00000 FG Ia

QUADRATSUMME BEZ. LIN.KOEFF.= 4.81665 MIT 2.00000 FG Ib

QUADRATSUMME BEZ. QUADRATISCHEN KOEFF. = 5.22775 MIT 3.00000 FG Ic

PRUEFGROESSE	SCHWELLENWERTE		ENTSCHEIDUNG	
F(Ia/III)=119842	F(1;2)=18.5 0.05	F(1;2)=98.5 0.01	+	+
F(Ib/III)=34.4	F(2;2)=19.0 0.05	F(2;2)=99.0 0.01	+	-
F(Ic/III)=37.29	F(3;2)=19.2 0.05	F(3;2)=99.2 0.01	+	-

ERMITTLUNG POLYNOM 2. GRADES(NICHT ORTHOGONALES COMPOSITE DESIGN)

FAKTOREN U. FAKTORENNIVEAUS IM 2^2 DESIGN

FAKTOREN	FAKTORENNIVEAUS		
	-1	BASISNIVEAU	+1
TEMP.	120.00	135.00	150.00
VAKUUM	20.00	30.00	40.00

FAKTORENNIVEAUS DER 5 ERGAENZUNGSVERSUCHE
(NICHT ORTHOGONALES COMPOSITE DESIGN)

	-2	BASISNIVEAU	+2
TEMP.	105.00	135.00	165.00
VAKUUM	10.00	30.00	50.00

BEMERKUNGEN:B 80/100,BITUMENMASSE=200 G.,TOLUOL,DEST.ZEIT.=20'

VERSUCHSKOMB.	EIGENSCHAFT: DYN.VISK.(60 C, 1.oo Sek.$^{-1}$)
-1,-1	225.000
1,-1	218.500
-1,1	172.100
1,1	244.900
-2,0	165.500
2,0	218.500
0,-2	205.200
0,2	158.900
0,0	185.400

WIEDERHOLUNGEN: 9 VERSUCHE 1 MAL WIEDERHOLT

AUFSTELLUNG DES POLYNOMS 2. GRADES

REGRESSIONSKOEFF.		STANDARDABWEICHUNG
B0	211.09900	5.72341
B1	14.35830	3.83938
B2	-9.92500	3.83938
B1,1	-3.16731	2.14628
B2,2	-5.65518	2.14628
B1,2	19.82500	3.83938

VERSUCHSFEHLERVARIANZ 58.96333 MIT 2.00000 FG

VARIANZANALYTISCHER TEST AUF DAS POL. 2. GRADES

VERSUCHSKOMB.	ERWARTUNGSWERTE Y	BEOBACHTUNGSWERTE Y
-1,-1	225.83552	225.00000
1,-1	214.90212	218.50000
-1,1	166.33552	172.10000
1,1	234.70212	244.90000
-2,0	202.38240	165.50000
2,0	259.81560	218.50000
0,-2	208.32828	205.20000
0,2	168.62828	158.90000
0,0	211.09900	185.40000

BER. DER FEHLERQUADRATSUMME AUFGRUND VON 3.00000 WIEDERHOLUNGEN

0,0	185.40000
0,0	172.10000
0,0	172.10000

GESAMTQUADRATSUMME = 364823.58000 MIT 12.00000 FG

QUADRATSUMME ANPASSUNGSDEFEKT= 1459.39333 MIT 4.00000 FG II

FEHLERQUADRATSUMME = 117.92667 MIT 2.00000 FG III

QUADRATSUMME DER REGRESSIONSWERTE = 363246.26000 MIT 6.00000 FG

QUADRATSUMME DER REGRESSIONSWERTE SETZT SICH AUS FOLGENDEN ANTEILEN ZUSAMMEN:

QUADRATSUMME BEZ.BO = 357602.85555 MIT 1.00000 FG Ia

QUADRATSUMME BEZ. LIN.KOEFF.= 3655.99000 MIT 2.00000 FG Ib

QUADRATSUMME BEZ. QUADRATISCHEN KOEFF. = 1987.41445 MIT 3.00000 FG Ic

PRUEFGROESSE	SCHWELLENWERTE		ENTSCHEIDUNG	
F(Ia/III)=3032	F(1;2)=18.5 0.05	F(1;2)=98.5 0.01	+	+
F(Ib/III)=31.0	F(2;2)=19.0 0.05	F(2;2)=99.0 0.01	+	-
F(Ic/III)=16.8	F(3;2)=19.2 0.05	F(3;2)=99.2 0.01	-	-

ERMITTLUNG POLYNOM 2. GRADES(NICHT ORTHOGONALES COMPOSITE DESIGN)

FAKTOREN U. FAKTORENNIVEAUS IM 2^2 DESIGN

FAKTOREN	FAKTORENNIVEAUS		
	-1	BASISNIVEAU	+1
TEMP.	120.00	135.00	150.00
VAKUUM	20.00	30.00	40.00

FAKTORENNIVEAUS DER 5 ERGAENZUNGSVERSUCHE
(NICHT ORTHOGONALES COMPOSITE DESIGN)

	-2	BASISNIVEAU	+2
TEMP.	105.00	135.00	165.00
VAKUUM	10.00	30.00	50.00

BEMERKUNGEN: B 80/100, PROBEEINWAAGE=200G., TOLUOL, DEST. ZEIT=20'

VERSUCHSKOMB.	EIGENSCHAFT: DYN. VISK. (130,100 SEK-1 mPa.S
-1,-1	595.800
1,-1	595.800
-1,1	529.600
1,1	562.700
-2,0	595.800
2,0	628.900
0,-2	562.700
0,2	595.800
0,0	595.800

WIEDERHOLUNGEN: 9 VERSUCHE 1 MAL WIEDERHOLT

AUFSTELLUNG DES POLYNOMS 2. GRADES

REGRESSIONSKOEFF.		STANDARDABWEICHUNG
B0	573.72600	14.24397
B1	8.27500	9.55515
B2	-2.75833	9.55515
B1,1	8.27656	5.34149
B2,2	0.00194	5.34149
B1,2	8.27500	9.55515

VERSUCHSFEHLERVARIANZ 365.20333 MIT 2.00000 FG

VARIANZANALYTISCHER TEST AUF DAS POL. 2. GRADES

VERSUCHSKOMB.	ERWARTUNGSWERTE Y	BEOBACHTUNGSWERTE Y
-1,-1	581.48627	595.80000
1,-1	581.48627	595.80000
-1,1	559.41961	529.60000
1,1	592.51961	562.70000
-2,0	577.17600	595.80000
2,0	610.27600	628.90000
0,-2	579.25041	562.70000
0,2	568.21709	595.80000
0,0	573.72600	595.80000

BER. DER FEHLERQUADRATSUMME AUFGRUND VON 3.00000 WIEDERHOLUNGEN

0,0	595.80000
0,0	595.80000
0,0	562.70000

GESAMTQUADRATSUMME = 3084142.15000 MIT 12.00000 FG

QUADRATSUMME ANPASSUNGSDEFEKT= 3303.43023 MIT 4.00000 FG II

FEHLERQUADRATSUMME = 730.40667 MIT 2.00000 FG III

QUADRATSUMME DER REGRESSIONSWERTE = 3080108.31310 MIT 6.00000 FG

QUADRATSUMME DER REGRESSIONSWERTE SETZT SICH AUS FOLGENDEN ANTEILEN ZUSAMMEN:

QUADRATSUMME BEZ. B0 = 3077563.26045 MIT 1.00000 FG Ia

QUADRATSUMME BEZ. LIN. KOEFF. = 913.00770 MIT 2.00000 FG Ib

QUADRATSUMME BEZ. QUADRATISCHEN KOEFF. = 1632.04495 MIT 3.00000 FG Ic

PRUEFGROESSE	SCHWELLENWERTE		ENTSCHEIDUNG	
F(Ia/III)=4213	F(1;2)=18.5 0.05	F(1;2)=98.5 0.01	+	+
F(Ib/III)=1.25	F(2;2)=19.0 0.05		-	
F(Ic/III)=2.23	F(3;2)=19.2		-	

ERMITTLUNG POLYNOM 2. GRADES(NICHT ORTHOGONALES COMPOSITE DESIGN)

FAKTOREN U. FAKTORENNIVEAUS IM 2^2 DESIGN

FAKTOREN	FAKTORENNIVEAUS		
	-1	BASISNIVEAU	+1
TEMP.	120.00	135.00	150.00
VAKUUM	20.00	30.00	40.00

FAKTORENNIVEAUS DER 5 ERGAENZUNGSVERSUCHE
(NICHT ORTHOGONALES COMPOSITE DESIGN)

	-2	BASISNIVEAU	+2
TEMP.	105.00	135.00	165.00
VAKUUM	10.00	30.00	50.00

BEMERKUNGEN:B 60/70,PROBEEINWAAGE=200 G.,TOLUOL,DEST.ZEIT=20 '

VERSUCHSKOMB.	EIGENSCHAFT: PENETRATION(25 C) 1/10 mm
-1,-1	62.000
1,-1	59.000
-1,1	66.000
1,1	55.000
-2,0	76.000
2,0	58.000
0,-2	61.000
0,2	76.000
0,0	65.000

WIEDERHOLUNGEN: 9 VERSUCHE 1 MAL WIEDERHOLT

AUFSTELLUNG DES POLYNOMS 2. GRADES

REGRESSIONSKOEFF.		STANDARDABWEICHUNG
B0	59.77730	0.43033
B1	-4.16666	0.28868
B2	2.50000	0.28868
B1,1	1.47924	0.16137
B2,2	1.85425	0.16137
B1,2	-2.00000	0.28868

VERSUCHSFEHLERVARIANZ 0.33333 MIT 2.00000 FG

VARIANZANALYTISCHER TEST AUF DAS POL. 2. GRADES

VERSUCHSKOMB.	ERWARTUNGSWERTE Y	BEOBACHTUNGSWERTE Y
-1,-1	66.29821	62.00000
1,-1	61.96489	59.00000
-1,1	75.29821	66.00000
1,1	62.96489	55.00000
-2,0	88.11062	76.00000
2,0	71.44398	58.00000
0,-2	62.19430	61.00000
0,2	72.19430	76.00000
0,0	59.77730	65.00000

BER. DER FEHLERQUADRATSUMME AUFGRUND VON 3.00000 WIEDERHOLUNGEN

0,0	65.00000
0,0	65.00000
0,0	66.00000

GESAMTQUADRATSUMME = 37568.00000 MIT 12.00000 FG

QUADRATSUMME ANPASSUNGSDEFEKT= 101.11033 MIT 4.00000 FG II

FEHLERQUADRATSUMME = 0.66667 MIT 2.00000 FG III

QUADRATSUMME DER REGRESSIONSWERTE = 37466.22300 MIT 6.00000 FG I

QUADRATSUMME DER REGRESSIONSWERTE SETZT SICH AUS FOLGENDEN ANTEILEN ZUSAMMEN:

QUADRATSUMME BEZ.BO = 37120.27384 MIT 1.00000 FG Ia

QUADRATSUMME BEZ. LIN.KOEFF.= 283.33300 MIT 2.00000 FG Ib

QUADRATSUMME BEZ. QUADRATISCHEN KOEFF. = 62.61616 MIT 3.00000 FG Ic

PRUEFGROESSE	SCHWELLENWERTE		ENTSCHEIDUNG	
F(Ia/III)=55652	F(1;2)=18.5 0.05	F(1;2)=98.5 0.01	+	+
F(Ib/III)=424.8	F(2;2)=19.0 0.05	F(2;2)=99.0 0.01	+	+
F(Ic/III)=93.9	F(3;2)=19.2 0.05	F(3;2)=99.2 0.01	+	-

ERMITTLUNG POLYNOM 2. GRADES(NICHT ORTHOGONALES COMPOSITE DESIGN)

FAKTOREN U. FAKTORENNIVEAUS IM 2^2 DESIGN

FAKTOREN	FAKTORENNIVEAUS		
	-1	BASISNIVEAU	+1
TEMP.	120.00	135.00	150.00
VAKUUM	20.00	30.00	40.00

FAKTORENNIVEAUS DER 5 ERGAENZUNGSVERSUCHE
(NICHT ORTHOGONALES COMPOSITE DESIGN)

	-2	BASISNIVEAU	+2
TEMP.	105.00	135.00	165.00
VAKUUM	10.00	30.00	50.00

BEMERKUNGEN: B 60/70, PROBEEINWAAGE=200 G., TOLUOL, DEST. ZEIT=20 '

VERSUCHSKOMB.	EIGENSCHAFT: EP R&K C
-1,-1	47.700
1,-1	47.800
-1,1	47.600
1,1	48.900
-2,0	45.100
2,0	47.100
0,-2	48.300
0,2	46.200
0,0	47.100

WIEDERHOLUNGEN: 9 VERSUCHE 1 MAL WIEDERHOLT

AUFSTELLUNG DES POLYNOMS 2. GRADES

REGRESSIONSKOEFF.		STANDARDABWEICHUNG
B0	48.08800	0.32489
B1	0.45000	0.21794
B2	-0.26667	0.21794
B1,1	-0.43535	0.12183
B2,2	-0.14785	0.12183
B1,2	0.30000	0.21794

VERSUCHSFEHLERVARIANZ 0.19000 MIT 2.00000 FG

VARIANZANALYTISCHER TEST AUF DAS POL. 2. GRADES

VERSUCHSKOMB.	ERWARTUNGSWERTE Y	BEOBACHTUNGSWERTE Y
-1,-1	53.05682	47.70000
1,-1	53.35682	47.80000
-1,1	51.92348	47.60000
1,1	53.42348	48.90000
-2,0	67.18800	45.10000
2,0	68.98800	47.10000
0,-2	48.02993	48.30000
0,2	46.96327	46.20000
0,0	48.08800	47.10000

BER. DER FEHLERQUADRATSUMME AUFGRUND VON 3.00000 WIEDERHOLUNGEN

0,0	47.10000
0,0	47.20000
0,0	47.90000

GESAMTQUADRATSUMME = 20155.26000 MIT 12.00000 FG

QUADRATSUMME ANPASSUNGSDEFEKT= 3.85517 MIT 4.00000 FG II

FEHLERQUADRATSUMME = 0.38000 MIT 2.00000 FG III

QUADRATSUMME DER REGRESSIONSWERTE = 20151.02483 MIT 6.00000 FG

QUADRATSUMME DER REGRESSIONSWERTE SETZT SICH AUS FOLGENDEN ANTEILEN ZUSAMMEN:

QUADRATSUMME BEZ. BO = 20144.93259 MIT 1.00000 FG Ia

QUADRATSUMME BEZ. LIN. KOEFF. = 3.28333 MIT 2.00000 FG Ib

QUADRATSUMME BEZ. QUADRATISCHEN KOEFF. = 2.80891 MIT 3.00000 FG Ic

PRUEFGROESSE	SCHWELLENWERTE		ENTSCHEIDUNG	
F(Ia/III)=53013	F(1;2)=18.5 0.05	F(1;2)=98.5 0.01	+	+
F(Ib/III)=8.64	F(2;2)=19.0 0.05		-	
F(Ic/III)=7.39	F(3;2)=19.2 0.05		-	

ERMITTLUNG POLYNOM 2. GRADES(NICHT ORTHOGONALES COMPOSITE DESIGN)

FAKTOREN U. FAKTORENNIVEAUS IM 2^2 DESIGN

FAKTOREN	FAKTORENNIVEAUS		
	-1	BASISNIVEAU	+1
TEMP.	120.00	135.00	150.00
VAKUUM	20.00	30.00	40.00

FAKTORENNIVEAUS DER 5 ERGAENZUNGSVERSUCHE
(NICHT ORTHOGONALES COMPOSITE DESIGN)

	-2	BASISNIVEAU	+2
TEMP.	105.00	135.00	165.00
VAKUUM	10.00	30.00	50.00

BEMERKUNGEN:B 60/70,PROEBEEINWAAGE=200 G,TOLUOL,DEST.ZEIT=20 '

VERSUCHSKOMB.	EIGENSCHAFT: DYN.VISK.(60 C,1 SEK-1 Pa.S
-1,-1	390.600
1,-1	357.480
-1,1	337.620
1,1	436.900
-2,0	304.520
2,0	390.580
0,-2	483.260
0,2	304.520
0,0	364.100

WIEDERHOLUNGEN: 9 VERSUCHE 1 MAL WIEDERHOLT

AUFSTELLUNG DES POLYNOMS 2. GRADES

REGRESSIONSKOEFF.		STANDARDABWEICHUNG
B0	375.85600	22.24980
B1	19.85660	14.92562
B2	-27.58660	14.92562
B1,1	-6.34337	8.34367
B2,2	5.24237	8.34367
B1,2	33.10000	14.92562

VERSUCHSFEHLERVARIANZ 891.09613 MIT 2.00000 FG

VARIANZANALYTISCHER TEST AUF DAS POL. 2. GRADES

VERSUCHSKOMB.	ERWARTUNGSWERTE Y	BEOBACHTUNGSWERTE Y
-1,-1	426.92837	390.60000
1,-1	400.44157	357.48000
-1,1	305.55517	337.62000
1,1	411.46837	436.90000
-2,0	356.11980	304.50000
2,0	435.58620	390.60000
0,-2	452.03548	483.30000
0,2	341.63548	304.50000
0,0	375.85300	364.10000

BER. DER FEHLERQUADRATSUMME AUFGRUND VON 3.00000 WIEDERHOLUNGEN

0,0	403.80000
0,0	405.00000
0,0	370.70000

GESAMTQUADRATSUMME = 1289386.54000 MIT 12.00000 FG

QUADRATSUMME ANPASSUNGSDEFEKT= 6674.24333 MIT 4.00000 FG II

FEHLERQUADRATSUMME = 757.84667 MIT 2.00000 FG III

QUADRATSUMME DER REGRESSIONSWERTE = 1281954.45000 MIT 6.00000 FG

QUADRATSUMME DER REGRESSIONSWERTE SETZT SICH AUS FOLGENDEN ANTEILEN ZUSAMMEN:

QUADRATSUMME BEZ.BO = 1261569.73541 MIT 1.00000 FG Ia

QUADRATSUMME BEZ. LIN.KOEFF.= 13877.31000 MIT 2.00000 FG Ib

QUADRATSUMME BEZ. QUADRATISCHEN KOEFF. = 6507.40459 MIT 3.00000 FG Ic

PRUEFGROESSE	SCHWELLENWERTE		ENTSCHEIDUNG	
F(Ia/III)=1664	F(1;2)=18.5 0.05	F(1;2)=98.5 0.01	+	+
F(Ib/III)=18.31	F(2;2)=19.0 0.05		-	
F(Ic/III)=4.62	F(3;2)=19.2 0.05		-	

ERMITTLUNG POLYNOM 2. GRADES(NICHT ORTHOGONALES COMPOSITE DESIGN)

FAKTOREN U. FAKTORENNIVEAUS IM 2^2 DESIGN

FAKTOREN	FAKTORENNIVEAUS		
	-1	BASISNIVEAU	+1
TEMP.	120.00	135.00	150.00
VAKUUM	20.00	30.00	40.00

FAKTORENNIVEAUS DER 5 ERGAENZUNGSVERSUCHE
(NICHT ORTHOGONALES COMPOSITE DESIGN)

	-2	BASISNIVEAU	+2
TEMP.	105.00	135.00	165.00
VAKUUM	10.00	30.00	50.00

BEMERKUNGEN:B 60/70,PROBEEINWAAGE=200 G.,TOLUOL,DEST.ZEIT=20 '

VERSUCHSKOMB.	EIGENSCHAFT: DYN.VISK.(130 ,100 SEK-1)
-1,-1	890.000 mPa.S
1,-1	790.000
-1,1	760.000
1,1	820.000
-2,0	690.000
2,0	730.000
0,-2	761.000
0,2	794.000
0,0	761.000

WIEDERHOLUNGEN: 9 VERSUCHE 1 MAL WIEDERHOLT

AUFSTELLUNG DES POLYNOMS 2. GRADES

REGRESSIONSKOEFF.		STANDARDABWEICHUNG
B0	816.66000	75.55106
B1	3.33333	50.68119
B2	-2.83333	50.68119
B1,1	-23.18700	28.33165
B2,2	-6.31200	28.33165
B1,2	40.00000	50.68119

VERSUCHSFEHLERVARIANZ 10274.33333 MIT 2.00000 FG

VARIANZANALYTISCHER TEST AUF DAS POL. 2. GRADES

VERSUCHSKOMB.	ERWARTUNGSWERTE Y	BEOBACHTUNGSWERTE Y
-1,-1	854.84800	890.00000
1,-1	781.51466	790.00000
-1,1	769.18134	760.00000
1,1	855.84800	820.00000
-2,0	829.99334	690.00000
2,0	843.32666	730.00000
0,-2	797.07866	761.00000
0,2	785.74534	794.00000
0,0	816.66000	761.00000

BER. DER FEHLERQUADRATSUMME AUFGRUND VON 3.00000 WIEDERHOLUNGEN

0,0	861.00000
0,0	927.00000
0,0	728.00000

GESAMTQUADRATSUMME = 5463878.00000 MIT 12.00000 FG

QUADRATSUMME ANPASSUNGSDEFEKT=-9521.63287 MIT 4.00000 FG II

FEHLERQUADRATSUMME = 20548.66667 MIT 2.00000 FG III

QUADRATSUMME DER REGRESSIONSWERTE = 5452850.96620 MIT 6.00000 FG

QUADRATSUMME DER REGRESSIONSWERTE SETZT SICH AUS FOLGENDEN ANTEILEN ZUSAMMEN:

QUADRATSUMME BEZ.BO = 5438217.60361 MIT 1.00000 FG Ia

QUADRATSUMME BEZ. LIN.KOEFF.= 229.66620 MIT 2.00000 FG Ib

QUADRATSUMME BEZ. QUADRATISCHEN KOEFF. = 14403.69639 MIT 3.00000 FG Ic

PRUEFGROESSE	SCHWELLENWERTE		ENTSCHEIDUNG	
F(Ia/III)=264.7	F(1;2)=18.5 0.05	F(1;2)=98.5 0.01	+	+
F(Ib/III)=0.01	F(2;2)=19.0 0.05		-	
F(Ic/III)=0.70	F(3,3)=19.2 0.05		-	

25.7. Vergleich der Höhenlinien der jeweiligen Zielfunktion = Konst.. Anschliessende Parameteroptimierung (vgl. Tabelle 15)

Tabelle 15 : B 80/100

Zielfunktion	X_1 (X_2) bei Y = Konst. X_2 (X_1) bei Y = Konst.	Optimum erreicht bei (vgl. Abb. 35, 36, 37)
Penetration (25°C) 1/10 mm	$X_1 (X_2) = 6.32 + 2.50\ X_2 \pm \sqrt{}$ $\sqrt{} = 11.44\ Y - 900.84 + 54.86\ X_2 + 24.64\ X_2$	Temp. = 145 °C Druck = 27.5 mbar
EP R+K °C	$X_1(X_2) = 2.77\ Y - 122.83 + 1.44\ X_2$ $X_2(X_1) = 0.69\ X_1 - 1.92 \times Y + 85.30$	Temp. = 145 °C Druck = 23.5 mbar
Dyn.Visk. (60°C) Pa.s	$X_1(X_2) = 0.07\ Y - 14.70 + 0.69 \times X_2$ $X_2(X_1) = 1.45\ X_1 - 0.10\ Y + 21.30$	Temp. = 145 °C Druck = 30.0 mbar

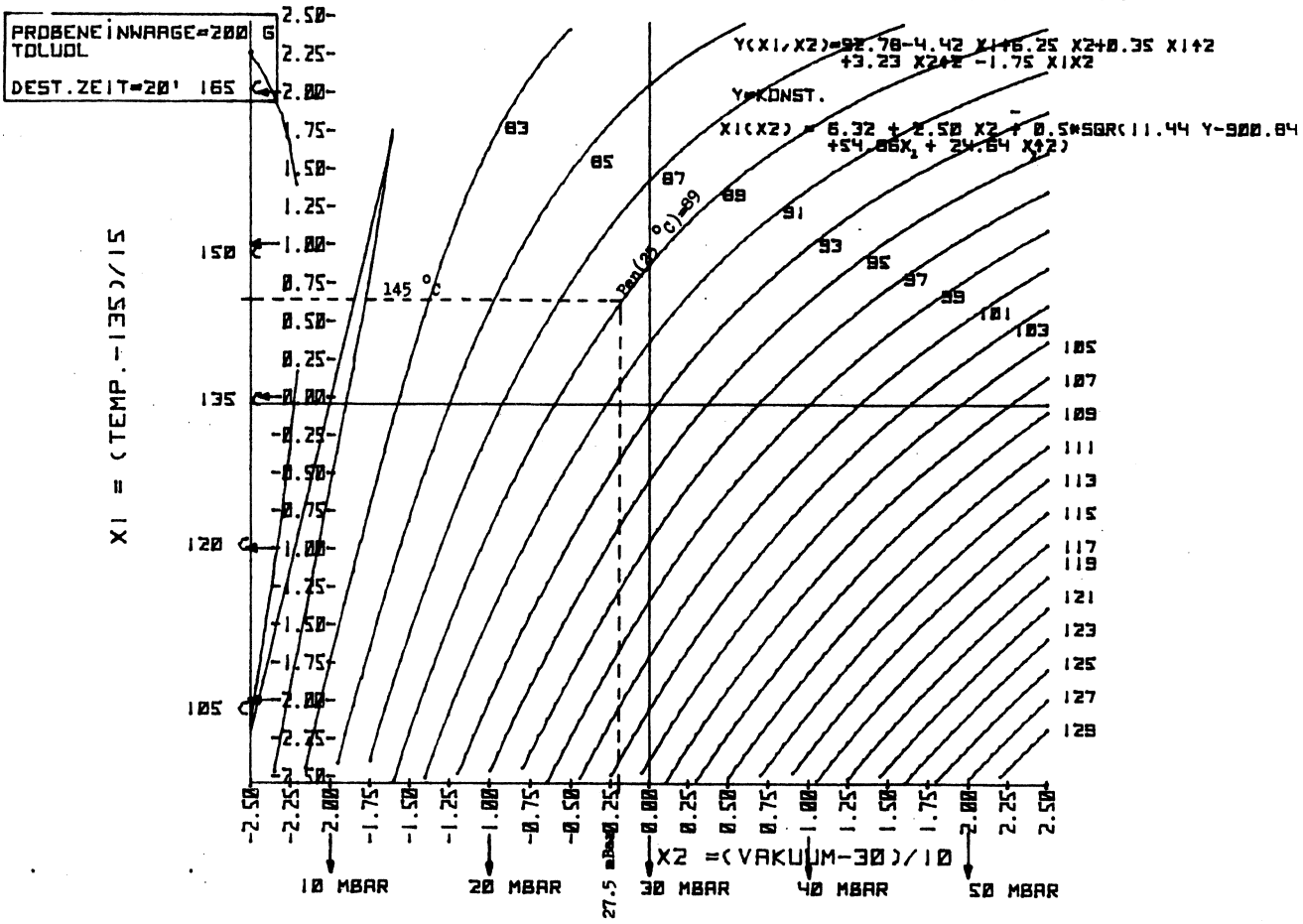
Tabelle 16 : B 60/70

Zielfunktion	X_1 (X_2) bei Y = Konst.	Optimum erreicht bei (vgl. Abb. 38, 39, 40)
Penetration (25°C) 1/10 mm	$X_1 (X_2) = 3.16 + 1.25\ X_2 \pm 1/2 \times \sqrt{\ } = 2.72\ Y - 153.61 + 0.85\ X_2 + 0.26\ X_2$	Temp. = 145 °C Druck = 22 mbar
EP R+K °C	$X_1(X_2) = 2.22\ Y - 106.87 + 0.60\ X_2$ $X_2(X_1) = 1.67\ X_1 - 3.70\ Y + 178.12$	Temp. = 145 °C Druck = 9 mbar
Dyn.Visk. (60°C) Pa.s	$X_1(X_2) = 0.05 \times Y - 18.92 + 1.39\ X_2$ $X_2(X_1) = 0.72\ X_1 - 0.036 \times Y + 13.61$	Temp. = 145 °C Druck = 5.3 mbar

Vergleicht man die vorliegenden Resultate der Parameteroptimierung mit denen der ersten Versuchsreihe mit den Faktoren Druck und Bitumenmasse, so stellt man fest, dass bei bestimmten Zielfunktionen die Uebereinstimmung sehr gut ist (z.B. Erweichungspunkt R+K), während bei anderen relativ geringe Abweichungen aufgetreten sind.

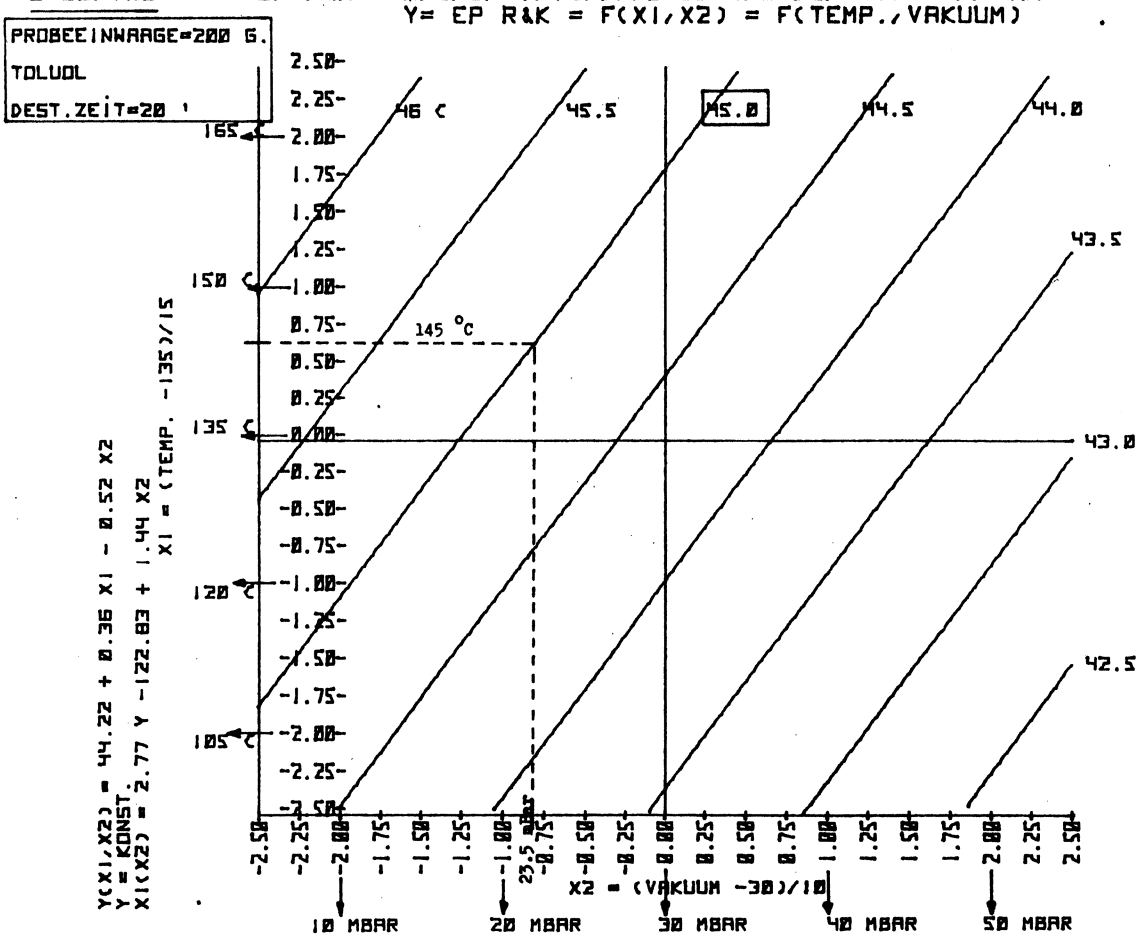
B 80/100 PEN (25C) - HOEHENLINIENDARSTELLUNG DER ZIELFUNKTION Abb. 35

Y = PEN(25 C) = F(X1,X2)= F(TEMP./VAKUUM)

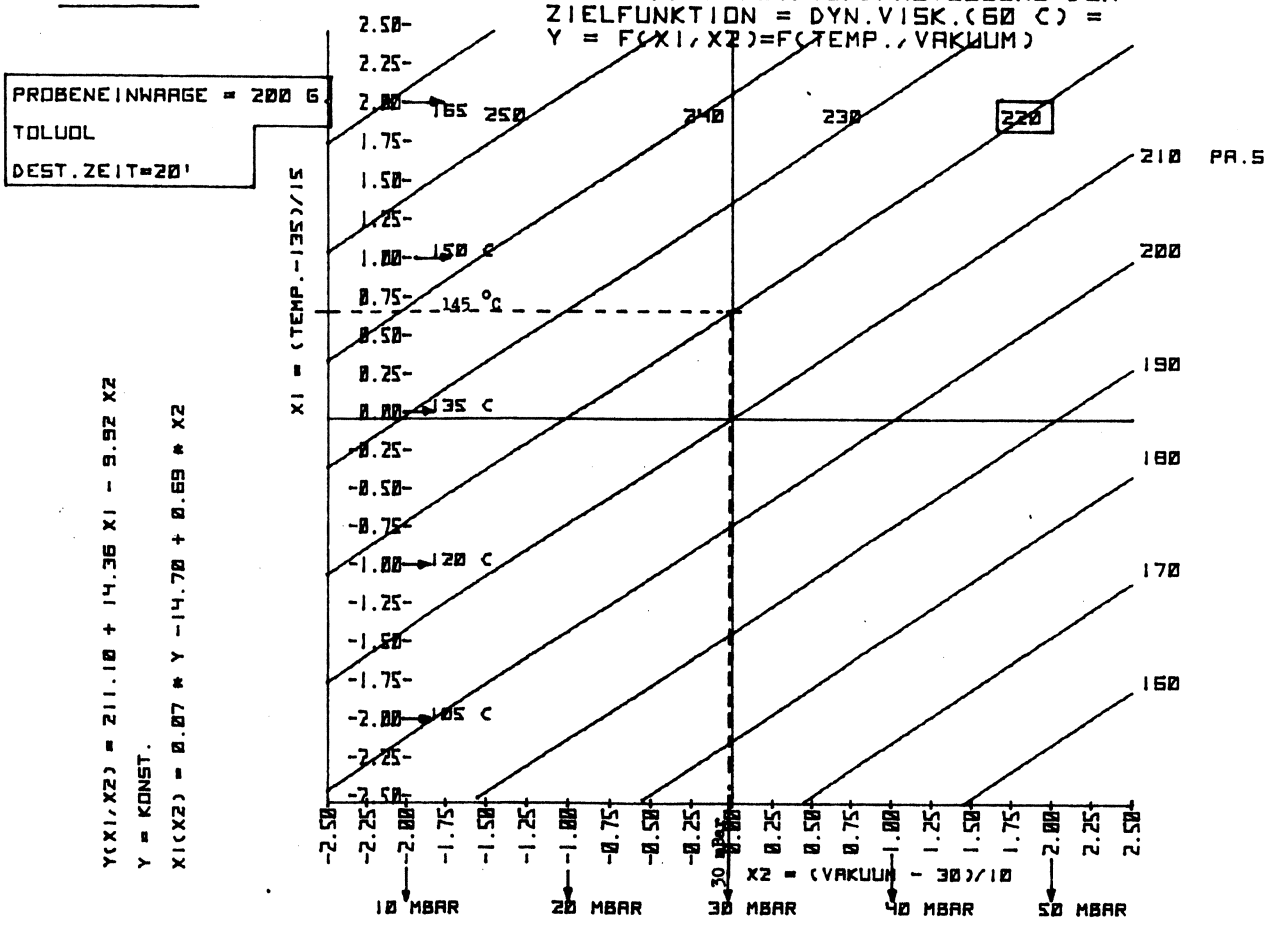


B 80/100 EP R&K - HOEHENLINIENDARSTELLUNG DER ZIELFUNKTION Abb. 36

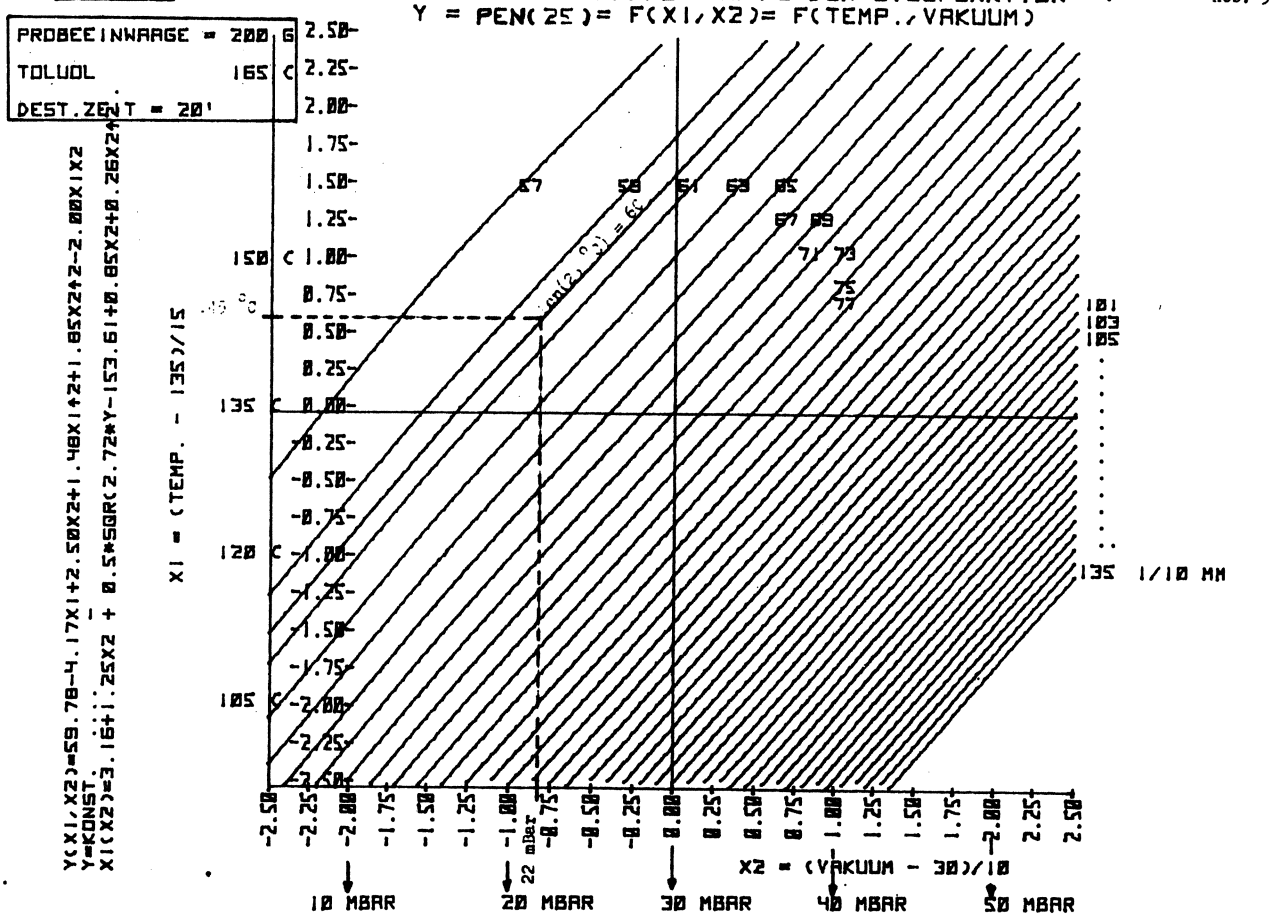
Y= EP R&K = F(X1,X2) = F(TEMP./VAKUUM)



B 80/100 DYN. VISK.(60 C) - HOEHENLINIENDARSTELLUNG DER ZIELFUNKTION = DYN.VISK.(60 C) = Y = F(X1,X2)=F(TEMP.,VAKUUM) Abb. 37

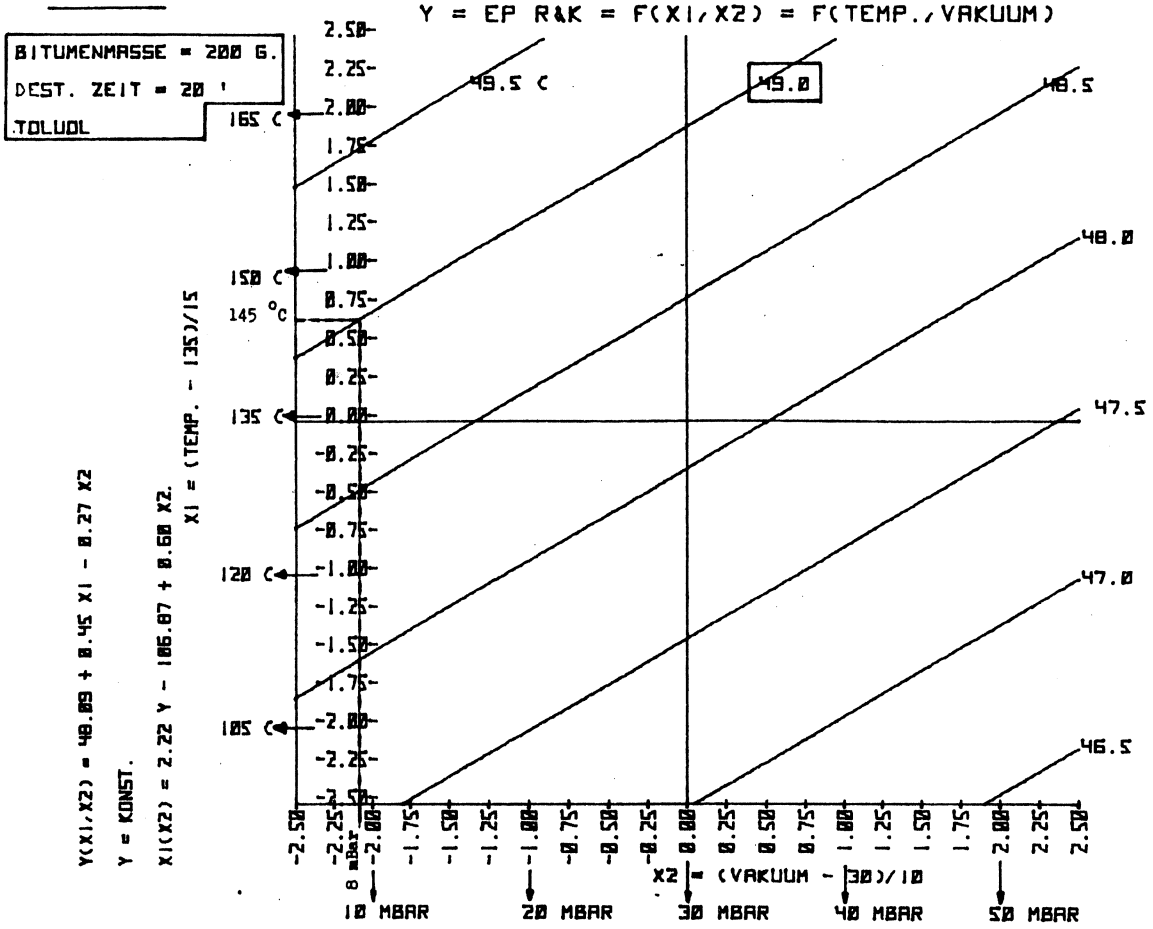


B 60/70 - HOEHENLINIENDARSTELLUNG DER ZIELFUNKTION Y = PEN(25)= F(X1,X2)= F(TEMP.,VAKUUM) Abb. 38



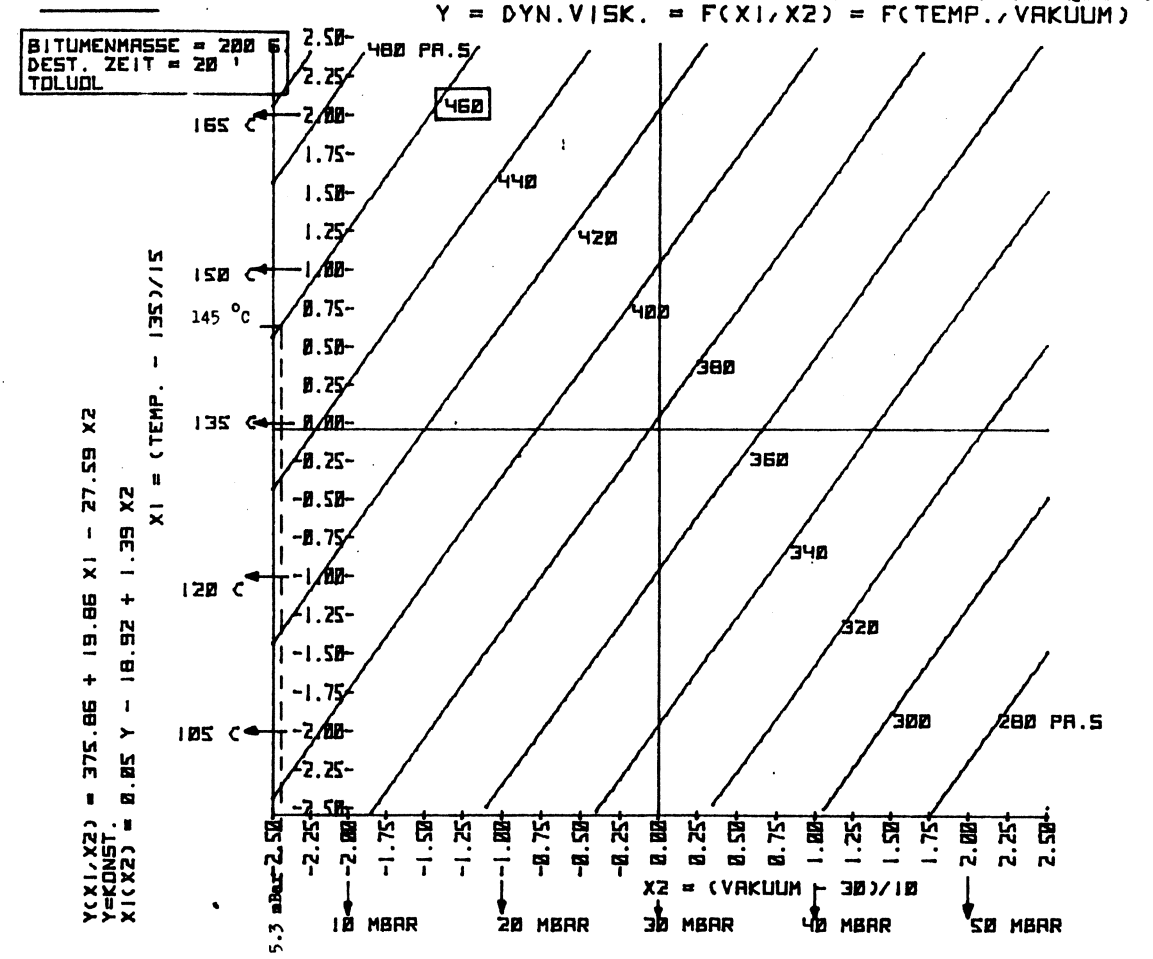
B 60/70 EP R&K- HOEHENLINIENDARSTELLUNG DER ZIELFUNKTION Abb. 39

Y = EP R&K = F(X1,X2) = F(TEMP.,VAKUUM)



B 60/70 DYN. VISK.(60 C) - HOEHENLINIENDARSTELLUNG DER ZIELFUNKTION Abb. 40

Y = DYN.VISK. = F(X1,X2) = F(TEMP.,VAKUUM)



Die nachfolgende Tabelle gibt einen Ueberblick über die, basierend auf den beiden durchgeführten faktoriellen Versuchsplänen, ermittelten Resultate der Parameteroptimierung.

Tabelle 17 : Vergleichende Betrachtung der abgeleiteten Resultate aus der Parameteroptimierung

B 80/100 : Versuchsplan zur Beschreibung des funktionnellen Zusammenhangs

Zielfunktion	Y = f (Vakuum, Bitumenmasse) bei konst. Temp. = 145°C Dest.Zeit = 20 Min.	Y = f (Temp., Vakuum) bei konst. Masse = 200g Dest.Zeit = 20 Min.
Penetration (25°C)	Temp. = 145 °C Druck = 19 mbar Dest.Zeit = 20 Min. Menge an Prüfgut = 200 g	Temp. = 145 °C Druck = 27.5 mbar Dest.Zeit = 20 Min. Menge an Prüfgut = 200 g
EP R+K	Temp. = 145 °C Druck = 15.6 mbar Dest.Zeit = 20 Min. Menge an Prüfgut = 200 g	Temp. = 145 °C Druck = 23.5 mbar Dest.Zeit = 20 Min. Menge an Prüfgut = 200 g
Dyn.Viskosität (60°C)	Temp. = 145 °C Druck = 20.8 mbar Dest.Zeit = 20 Min. Menge an Prüfgut = 200 g	Temp. = 145 °C Druck = 30 mbar Dest.Zeit = 20 Min. Menge an Prüfgut = 200 g

B 60/70 : Versuchsplan zur Beschreibung des funktionnellen Zusammenhangs

Zielfunktion	Y = f (Vakuum, Bitumenmasse) bei konst. Temp. = 145°C Dest.Zeit = 20 Min.	Y = f (Temp., Vakuum) bei konst. Masse = 200g Dest.Zeit = 20 Min
Penetration (25°C)	Temp. = 145 °C Druck = 9 mbar Dest.Zeit = 20 Min. Menge an Prüfgut = 200 g	Temp. = 145 °C Druck = 22 mbar Dest.Zeit = 20 Min. Menge an Prüfgut = 200 g
EP R+K	Temp. = 145 °C Druck = 7.8 mbar Dest.Zeit = 20 Min. Menge an Prüfgut = 200 g	Temp. = 145 °C Druck = 9 mbar Dest.Zeit = 20 Min. Menge an Prüfgut = 200 g
Dyn.Viskosität (60°C)	Temp. = 145 °C Druck = 1 mbar Dest.Zeit = 20 Min. Menge an Prüfgut = 200 g	Temp. = 145 °C Druck = 5.3 mbar Dest.Zeit = 20 Min. Menge an Prüfgut = 200 g

Literaturverzeichnis

[1] FA 7/75 : "Rückgewinnung von Bindemittel aus bituminösen Belägen", 1. Teil

[2] Graf, Henning, Stange: Formeln und Tabellen der mathematischen Statistik, Berlin (1966)

[3] B. Brûlé: "Contribution de la chromatographie sur gel perméable (G.P.C.) à la caractérisation qualitative et quantitative des bitumes" Rapport de recherche LCPC, No. 76, 1978, p. 39-40 et p. 42-43