

Kurzbeschreibung zum Forschungsantrag

1. Forschungsthema**Entwicklung eines Verfahrens zur Bindemittelrückgewinnung nach Asphaltextraktion mit alternativen Lösemitteln aus nachwachsenden Rohstoffen**2. Wissenschaftlich-technische und wirtschaftliche Problemstellung

Die Anforderungen an Asphalt im Straßenbau sind in den Zusätzlichen Technischen Vertragsbedingungen und Richtlinien ZTV Asphalt-StB festgeschrieben. Grundvoraussetzung für Qualitätskontrollen von Asphaltgemischen ist die Durchführung von Asphaltextraktionen. Hierbei werden die Asphaltgemische routinemäßig mit Hilfe von organischen Lösemitteln in ihre Ausgangsmaterialien - Gesteinsbaustoffe und Bitumen - zerlegt und an dem zurückgewonnenen Bitumen die physikalischen Eigenschaften des eingesetzten Bindemittels bestimmt. Das hierfür hauptsächlich verwendete Lösemittel Trichlorethylen wurde 2001 aus der Kategorie 3 'krebserregend' in die Kategorie 2 'krebserzeugend' und als erbgutverändernd Kategorie M 3 (Stoffe, die wegen möglicher erbgutverändernder Wirkung auf den Menschen zur Besorgnis Anlass geben) neu eingestuft.

Es ist daher dringend notwendig, dieses Lösemittel durch andere, weniger gesundheits-schädliche Lösemittel zu ersetzen, wie dies auch seit Jahren von allen Fachgremien gefordert wird.

Bisher erfolgt die Rückgewinnung des Bitumens nach DIN EN 12697-3.

Hierbei wird ein Vakuumdestilliergerät verwendet, das im Grobvakuumbereich arbeitet. Dieses Destillationsverfahren eignet sich jedoch **nicht** zur Rückgewinnung des Bitumens, wenn Lösemittel mit einem Siedepunktbereich $> 150^{\circ}\text{C}$ verwendet werden und eine Vakuumdestillation im Feinvakuumbereich notwendig ist.

Nach ZTV Asphalt ist jedoch ein **vollständiges** Abdestillieren des Lösemittels aus der Bindemittellösung erforderlich, um die Eigenschaften des gelösten Bindemittels exakt bestimmen zu können. Es ist daher dringend notwendig, ein Verfahren zur Rückgewinnung des Bitumens zu entwickeln, wenn Lösemittel mit einem Siedepunktbereich $> 150^{\circ}\text{C}$ zum Einsatz kommen.

In der Vergangenheit wurden bereits zahlreiche Forschungsarbeiten mit dem Ziel durchgeführt, Trichlorethylen (TRI) durch andere Lösemittel zu ersetzen.

Als Lösemittel aus nachwachsenden Rohstoffen können Pflanzenölester verwendet werden. Sie haben den entscheidenden Vorteil, dass sie nicht toxisch, praktisch ungiftig und leicht biologisch abbaubar sind. Außerdem besitzen sie in der Regel einen hohen Flammpunkt und sind keine leichtflüchtigen organischen Verbindungen.

Sie stellen somit eine **Alternative** zu dem Lösemittel Trichlorethylen dar.

Von Nachteil sind jedoch die relativ hohen Siedepunkte dieser Ester.

Im Rahmen des Forschungsprojektes „Extraktionsgerät und -verfahren für die Asphaltanalyse unter Verwendung von Lösemitteln aus nachwachsenden Rohstoffen“ wurden von der Forschungsstelle 1 (HSA) 15 verschiedene Produkte aus nachwachsenden Rohstoffen, wie Biodiesel (Rapsölmethylester), Estisol, Esticlean, Cococlean, Reaktivverdünner ZW-EP04-2811, Oranex sowie Drachenkopfmethylester, 1-Octen, Edenor ME C6 - 10, Edenor ME C12, Essigsäurebutylester und Buttersäureethylester untersucht. Die Versuche ergaben ein z. T. sehr unterschiedliches Lösevermögen der verschiedenen Lösemittel. Als günstigstes Lösemittel erwies sich ein Pflanzenölester Edenor ME C8. Ein Vorteil dieses Lösemittels besteht u. a. auch darin, dass es in ausreichenden Mengen kostengünstig zur Verfügung steht. Es stellt somit auch eine **wirtschaftliche Alternative** zu dem Lösemittel Trichlorethylen dar.

Mit diesen Lösemitteln kann sowohl die Rohdichtebestimmung als auch die Asphaltextraktion durchgeführt werden. Die Prüfgenaugkeit bei der Rohdichtebestimmung übertraf sogar die Prüfgenaugkeit bei Verwendung des herkömmlichen Lösemittels Tri, da das Edenor nicht so leicht verdunstet.

Für die Asphaltextraktion ist allerdings die Verwendung eines entsprechend modifizierten Asphaltanalysators erforderlich, da das neue Lösemittel aufgrund seines besonders guten

Lösevermögens auch alle herkömmlichen Dichtungen und Schläuche angreift. Zurzeit wird im Rahmen eines Forschungsprojektes der AIF, Förderkennzeichen 0292402VT6 **"Entwicklung eines Lösungsmittelrückgewinnungsverfahrens und – gerätes nach erfolgter Asphaltextraktion unter Verwendung von Pflanzenölestern "** ein Lösemittelrückgewinnungsverfahren- und gerät zur Optimierung dieses Analysators entwickelt.

Nach Abschluss dieses Forschungsvorhabens steht dann ein Asphaltanalysator zur Verfügung, der für den Einsatz von Lösemitteln mit höheren Siedepunkten geeignet ist. Damit ist eine weitere entscheidende Voraussetzung für die Substitution des Lösemittels TRI durch Pflanzenölester geschaffen.

Noch nicht gelöst ist dagegen die schonende Rückgewinnung des Bitumens aus der mit dem Asphaltanalysator gewonnenen eingeeengten Bindemittellösung.

3. Forschungsziel / Ergebnisse / Lösungsweg

3.1 Forschungsziel

3.1.1 Angestrebte Forschungsergebnisse

Als **wissenschaftlich-technisches Ergebnis** wird angestrebt, analog zu dem Verfahren nach DIN EN 12697-3:2000 eine Methode zu entwickeln, mit der die Rückgewinnung des mit Pflanzenölester gelösten Bitumens möglich ist, wobei die Bitumeneigenschaften durch diesen Rückgewinnungsprozess möglichst wenig verfälscht werden dürfen.

Für die Herstellung der Bitumenlösungen kommen die oben genannten Pflanzenölester mit einem Siedepunkt unter 200°C wie z. B. Caprylsäuremethylester in Betracht. Da zur Rückgewinnung des Bindemittels aus diesen Bitumenlösungen das Verfahren nach DIN EN 12697-3 nicht ausreichend ist, muss ein Vakuumdestilliersystem entwickelt werden, das im Feinvakuum arbeitet und die Siedeeigenschaften von Pflanzenölestern sowie Bindemittellösungen auf Basis von Pflanzenölestern berücksichtigt.

Beispielsweise muss einerseits die Vakuumtechnik geändert werden, zum anderen muss getestet werden, ob der apparative Aufbau des herkömmlichen Rotationsverdampfers geeignet ist, ein vollständiges Abdestillieren des Pflanzenölesters zu gewährleisten. Gegebenenfalls ist ergänzend eine Wasserdampfdestillation, eine Kurzwegdestillation, eine Mikrodestillation oder ein anderes geeignetes Verfahren durchzuführen.

Als **wirtschaftliches Ergebnis** wird angestrebt, dass sich die Kosten für dieses neue Verfahren gegenüber den Kosten für das herkömmliche Rückgewinnungsverfahren nicht wesentlich erhöhen.

3.1.2 Innovativer Beitrag der angestrebten Forschungsergebnisse

Der innovative Beitrag besteht in der Evaluierung und Optimierung eines geeigneten Pflanzenölesters als Lösemittel für die Rückgewinnung des Bitumens nach erfolgter Asphaltextraktion. Gleichzeitig muss die dazugehörige Vakuumtechnik neu konzipiert und erprobt werden. Wie aus der Beschreibung des Standes der Technik entnommen werden kann, ist bei dem bisherigen Rückgewinnungsverfahren das Destillationsregime fest vorgegeben. Demgegenüber soll der innovative Beitrag der angestrebten Forschungsergebnisse ferner darin bestehen, dass das Destillationsregime in Abhängigkeit von der Pflanzenölesterart und der Bitumenkonzentration **automatisch** vorgegeben wird und mithilfe des neu zu entwickelnden Steuer- und Regelsystems die Druck- und Temperaturverhältnisse automatisch eingestellt werden.

Damit soll eine **schonende Rückgewinnung bei niedrigst möglicher Arbeitstemperatur** ohne signifikante Verhärtung oder Aufweichung des Bitumens sowie eine Minimierung des Energieaufwandes und der Destillationszeit erfolgen.

3.2 Lösungsweg zur Erreichung des Forschungsziels

Für die Entwicklung des Prüfverfahrens müssen umfangreiche Destillationsversuche zur Feststellung der optimalen Destillationsparameter für ein vollständiges Abdestillieren des Pflanzenölesters durchgeführt werden.

Es sind verschiedene Siedepunktskurven zu erstellen, um die geeigneten Druck-Temperatur-Wertepaare zu ermitteln. Da der Siedebereich auch von der **Konzentration** des gelösten Stoffes abhängig ist, müssen auch Destillationen mit verschiedenen Bitumenkonzentrationen durchgeführt werden. Auch die **Reinheit** des eingesetzten Esters ist eine wichtige Größe, da schon ein geringer Anteil höherer Ester im Lösemittel eine Erhöhung des Siedepunktes nach sich zieht. Des Weiteren müssen Destillationsbeginn, Destillationszeit und Destillationsausbeute optimiert werden. Entsprechend der ermittelten Siedeparameter werden die dazugehörigen Gerätekonfigurationen zusammengestellt. Es werden 2 Varianten verfolgt. Unter der Annahme, dass das vollständige Abdestillieren des Pflanzenölesters bei einem Enddruck von 6 mbar erfolgt, wird die auf dem Markt zur Verfügung stehende Vakuumtechnik getestet (Variante 1). Reicht das Endvakuum von 6 mbar nicht aus, muss zusätzlich Vakuumtechnik aus dem Feinvakuumbereich eingesetzt werden (Variante 2). Die Gerätetechnik laut Variante 1 kann zur Erzeugung eines Vorvakuums mit der Gerätetechnik laut Variante 2 kombiniert werden. Ausgehend von den ermittelten Siedeparametern in Abhängigkeit von der Pflanzenölesterart und -qualität wird von der Forschungsstelle 2 die Steuer- und Regeltechnik für das Destillationsverfahren entwickelt. Die Bewertung des Destillationsverfahrens erfolgt hierbei nach ökonomischen und ökologischen Gesichtspunkten.

Entscheidungskriterien sind Energieaufwand, Menge und Qualität des rückgewonnenen Pflanzenölesters, Destillationszeit und Minimierung des Einflusses von Störgrößen.

Mithilfe der Analysenergebnisse der Forschungsstelle 1 wird eine Software für die dazugehörige Gerätetechnik erstellt, die das Destillationsregime in Abhängigkeit von der Bitumenkonzentration automatisch vorgibt. Es ist zu ermitteln, ob eine direkte oder indirekte Methode zur Konzentrationsbestimmung genutzt werden kann. Dazu bieten sich aus heutiger Sicht folgende Möglichkeiten an:

1. Bewertung des Siedeverlaufs anhand von Prozessparametern
2. chromatografische bzw. optische Methoden
3. automatische gravimetrische Erfassung des Destillats

Mithilfe des Steuer- und Regelsystems werden danach automatisch die Druck- und Temperaturverhältnisse eingestellt.

Nach erfolgter Destillation werden die Bitumeneigenschaften Erweichungspunkt Ring und Kugel nach EN 1427 und Brechpunkt nach Fraaß gemäß EN 12593 bestimmt sowie die Qualität des Destillats mit chromatografischen und / oder optischen Analysemethoden überprüft. Anhand dieser Kennwerte kann ermittelt werden, ob ein vollständiges Abdestillieren des Lösemittels erfolgte.

Zunächst erfolgen Vorversuche, um die Destillationsapparatur und das Lösemittel zu optimieren. Dazu werden definierte Bindemittelösungen, bestehend aus Bitumen 50/70 in verschiedenen Bindemittelkonzentrationen, verwendet.

Danach erfolgen die Hauptversuche mit 5 verschiedenen Bindemitteln zur Bestimmung der Prüfgenaugkeit des neuen Verfahrens.

Zur Bestimmung der Vergleichspräzision des neu zu entwickelnden Bindemittelrückgewinnungsverfahrens werden als Leistungen Dritter konventionelle Vergleichsversuche mit TRI durchgeführt.

4. Nutzen und wirtschaftliche Bedeutung des Forschungsthemas für kleine und mittlere Unternehmen

- **4.1 Voraussichtliche Nutzung der angestrebten Forschungsergebnisse**

Im Fachgebiet Mess-, Regel-, Automatisierungstechnik besteht der Nutzen für Hersteller von Labor- und Vakuumsystemen durch die Steigerung ihrer Leistungs- und Wettbewerbsfähigkeit.

Im Fachgebiet Umwelttechnik ergibt sich der Nutzen dadurch, dass Lösemittel aus nachwachsenden Rohstoffen verwendet werden.

Für das Fachgebiet Chemie und den Wirtschaftszweig Baugewerbe (Asphaltstraßenbau) wird die Möglichkeit zur Substitution des krebserregenden Lösemittels Trichlorethylen (Tri) durch ein nicht toxisches, praktisch ungiftiges Lösemittel, das leicht biologisch abbaubar ist, geschaffen.

- **4.2 Möglicher Beitrag zur Steigerung der Leistungs- und Wettbewerbsfähigkeit der KMU**

Die neu entwickelte automatisierte Destillationsapparatur stellt eine Weltneuheit dar und erhöht somit die Wettbewerbsfähigkeit von Prüfgeräteherstellern, da die Apparatur weltweit vermarktet werden kann.

Für den Hersteller des Lösemittels Pflanzenölester ergibt sich die Erschließung eines neuen Absatzmarktes und eine Erhöhung des Umsatzes.

In allen Asphaltlaboratorien wird ferner eine Kostenersparnis erzielt, da derzeit der Preis für Pflanzenölester ca. 2,50 €/l beträgt, während der Preis für Tri bei etwa 8,50 €/l liegt. Damit amortisieren sich die Anschaffungskosten für die neue Gerätetechnik in kürzester Zeit.

5. Beabsichtigter Transfer der angestrebten Forschungsergebnisse

Der Transfer der Forschungsergebnisse erfolgt u. a. im Rahmen von regionalen Weiterbildungsveranstaltungen der Verbände der Straßen- und Verkehrsingenieure VSVI sowie durch Veröffentlichung in der Fachpresse, z. B. in der Zeitschrift „Straße und Autobahn“ sowie in den Fachzeitschriften der Asphalt- und Bitumenindustrie. Versuchsprogramm und -ergebnisse werden ferner in den zuständigen Arbeitsausschüssen der FGSV und den Gremien des DAV u. a. mit dem Ziel vorgestellt, den im Rahmen des Forschungsprojektes erarbeiteten Entwurf einer neuen Prüfvorschrift für die Rückgewinnung des Bitumens in die Regelwerke des Straßenwesens aufzunehmen. Außerdem erfolgt die Umsetzung der Forschungsergebnisse in der Lehre durch Einbeziehung studentischer Hilfskräfte in das Forschungsprogramm.

Nach Abschluss des Forschungsprojektes ist vorgesehen, die Forschungsergebnisse auf nationalen und internationalen Fachtagungen zu präsentieren.

6. Forschungsstellen

- **Federführende Forschungsstelle:**

Hochschule Anhalt (FH), Fachbereich Architektur, Facility und Geoinformation
Postfach 2215, 06818 Dessau, Projektleiter: Prof. Dr.-Ing. W. Weingart

- **2. Forschungsstelle:**

Gesellschaft zur Förderung von Medizin-, Bio- und Umwelttechnologien e. V., GMBU e.V.
Sektion Halle, Erich-Neuss-Weg 5, 06120 Halle/Saale, Projektleiter: Dr.-Ing. K. Krüger

Köthen, 22.1.2009

Ort, Datum