

Beschreibung zum Forschungsantrag

Änderungen der WdV gegenüber dem Erstantrag sind blau gedruckt und mit Randstrich markiert.

1. Forschungsthema

Eingangsprüfung von Ausbauasphalt mittels FTIR-Spektroskopie für eine optimierte Wiederverwendung im Asphaltmischwerk

2. Wirtschaftliche Relevanz für KMU

2.1 Wissenschaftlich-technische und wirtschaftliche Problemstellung

Bei Erhaltungsmaßnahmen im Straßennetz rückgebauter Ausbauasphalt wird nahezu vollständig in neuen Asphaltmischgut wiederverwertet. Dabei erfolgt zumeist jedoch ein „Downcycling“, da der überwiegende Anteil der Straßenausbaustoffe aus Asphaltdecken stammt, die Wiederverwertung jedoch mit hohen Asphaltgranulatanteilen (über 40 %) fast ausschließlich in Asphalttragschichtmischgut erfolgt. Dadurch kommt es regional zu einem Überangebot von Ausbauasphalt, sodass dieser nicht wertschöpfungsoptimiert in ungebundenen Schichten verwertet werden muss, wodurch insbesondere wertvolle Bitumenressourcen für die Kreislaufwirtschaft verloren gehen.

Zahlreiche Forschungsprojekte (u. a. Dröge (2001), Leutner et al. (2005), Renken & Lobach (2007)) haben gezeigt, dass eine Wiederverwendung mit hohen Anteilen auch in Asphaltbinder und Asphaltdeckschichten grundsätzlich möglich ist. Dies erfordert jedoch neben einer möglichst sortenreinen Gewinnung der Fräsasphalte (FGSV, 2014b) sowie der geeigneten technischen Ausstattung der Asphaltmischwerke (Paralleltrommel), ein aufwändiges Asphaltgranulat-Management, unter anderem in Form der sortenreinen Lagerung der Asphaltgranulate (DAV, 2014). Nur so sind homogene Asphaltgranulate zu gewährleisten und möglichst geringe Spannweiten der für die Wiederverwertung relevanten Eigenschaften innerhalb der Lagerhalden zu garantieren.

Da häufig bei Annahme von Ausbauasphalt am Asphaltmischwerk keine Dokumentation der rückgebauten Befestigung vorliegt und somit keine Hinweise auf die individuelle AG-Zusammensetzung gegeben sind, muss zunächst eine Zwischenlagerung des angelieferten Materials erfolgen. Weiterhin besteht bei Anlieferung von Straßenausbaustoffen die Möglichkeit, dass teer-/ bzw. pechhaltige Ausbaustoffe im Vorfeld nicht

präzise identifiziert wurden. Da diese aus Gründen des Umwelt-, Arbeits- und Gesundheitsschutzes einem gesonderten Verwertungs- bzw. Entsorgungsweg zugeführt werden müssen, ist eine gesicherte Identifikation bei Annahme eine Möglichkeit, die Kontamination unbedenklicher Ausbauasphalte zu vermeiden.

Die Analyse der aus den Ausbauasphalten **aufbereiteten** Asphaltgranulate erfordern für den Einsatz als Baustoffkomponente bei der Herstellung von Asphalt eine aufwändige Analyse mittels Asphaltextraktion und Bindemittelrückgewinnung. Für die Verwendung des dabei benötigten Lösemittel Trichlorethylen besteht gemäß der REACH-Verordnung nur eine bis 2023 laufende Sondergenehmigung, sodass alternative Analyseverfahren benötigt werden. Neben der Zusammensetzung des **Asphaltgranulates** ist insbesondere die **Bindemittelviskosität** die Eigenschaft eines Ausbauasphaltes, die die Zugabemöglichkeit in hohen Anteilen zu neuem **Asphaltmischgut** einschränkt. Infolge destillativer und oxidativer (Langzeit-) Alterung verhärtet das Bitumen während der Nutzungsdauer der Asphaltsschicht. Wird das gealterte Bindemittel über Asphaltgranulat neuem Asphaltmischgut zugegeben, so muss die erhöhte Viskosität durch die Zugabe weicheren Frischbitumens und/oder eines Rejuvenator-Additivs ausgeglichen werden. Dies erfordert eine genaue Identifikation des Alterungszustandes des im Asphaltgranulat enthaltenen Bindemittels. Bisher ist der Erweichungspunkt Ring und Kugel ($T_{R\&K}$) des aus dem Asphaltgranulat rückgewonnenen Bitumens die steuernde Eigenschaft für den Zweck der AG-Charakterisierung sowie der Bestimmung von Additiv-Zugaben.

Hohe Werte von $T_{R\&K}$ resultieren jedoch nicht nur aus Alterungsprozessen, sondern auch aus Modifikationen des Bindemittels (insbesondere PmB) sowie ursprünglich dem Asphaltmischgut zugegebenen Additiven (z. B. viskositätsverändernde Zusätze oder Gummigranulat). Bei Asphaltgranulaten, welche modifizierte Bitumen enthalten, hat der Betrag von $T_{R\&K}$ keine ausreichende Aussagekraft um die Recyclingfähigkeit von Asphaltgranulat zu bestimmen und/oder erforderliche Rejuvenatorzugaben zu bestimmen. Alternative Bitumeneigenschaften (z. B. BTSV) erfordern eine vergleichsweise aufwändige Prüftechnik.

Daher werden alternative Prüfverfahren benötigt, mit denen Ausbauasphalte bei Anlieferung am Asphaltmischwerk sowie aufbereitete Asphaltgranulate durch die Qualitätssicherungslabore der Asphaltmischwerke untersucht werden können. Die Folge der bisher fehlenden Prüfsystematik zur gesicherten Bewertung der Straßenausbaustoffe für die Asphalt-herstellende Industrie sind:

- Unbeabsichtigte Annahme von Straßenausbaustoffen mit pechtypischen Anteilen, welche der Entsorgung zugeführt werden müssen,
- Asphaltgranulat-Halden mit inhomogener Zusammensetzung, wodurch die mögliche Zugabemenge in Asphaltmischgut reduziert wird,
- Zufuhr von Asphaltgranulaten mit problematischen Inhaltsstoffen (z. B. Gummigranulat) in den Produktionsprozess bzw. mögliche Kontamination unproblematischer Asphaltgranulathalden,
- aufwändiges Management des Ausbausphaltes mit flächenintensiver Zwischenlagerung vor Zuteilung zu passender AG-Halden.

2.2 Wirtschaftliche Bedeutung der angestrebten Forschungsergebnisse für KMU

Nach Angaben der Asphaltbranche wird mehr als 90 % des im Rahmen der Straßenerhaltung anfallenden Ausbausphaltes hochwertig bei der Herstellung von neuem Asphaltmischgut wiederverwendet (DAV, 2015). Damit kann der Einsatz neuer Baustoffressourcen (Gesteinskörnungen und Bitumen) für die Herstellung von Asphaltmischgut um mehr als 25 % reduziert werden. Dadurch leistet die Asphaltindustrie einen wichtigen Beitrag zur Schonung der natürlichen Ressourcen. Weiterhin kann durch den Einsatz hoher Anteile an Asphaltgranulat der für die Straßenverkehrsinfrastruktur wichtigste Baustoff wirtschaftlicher angeboten werden.

Werden jedoch die Abläufe genauer betrachtet, werden zunehmend Ausbausphalte im Zuge der baulichen Erhaltung des Straßennetzes aus Asphaltdeck- und -binderschichten gewonnen. Das Recycling erfolgt jedoch hauptsächlich in Asphalttragschichten. An Asphaltmischgut für Asphalttragschichten werden geringere Anforderungen an die Qualität der Gesteinskörnungen und die Bindemittel gestellt als an Asphaltmischgut für Asphaltdeck- und -binderschichten. Dadurch ist die dargestellte „Wiederverwendung“ tatsächlich ein „Downcycling“, da hochwertige gebrochene Gesteinskörnungen, welche hohe Polierwiderstände (nur Deckschichten) sowie hohe Festigkeiten aufweisen in einer Tragschicht verwertet werden, für die geringere Anforderungen gestellt werden. Auch enthalten Ausbausphalte aus Asphaltdeck- und -binderschichten häufig polymermodifizierte Bitumen, welche in Asphalttragschichten nicht gefordert werden.

Infolge des nur noch langsam wachsenden Verkehrsnetzes in Deutschland nimmt der Anteil der baulichen Erhaltung und Erneuerung gegenüber dem Neubau von Straßen

stetig zu. Die Folge ist, dass insbesondere in Ballungsgebieten der Anteil von Asphaltdeck- und Asphaltbinderschichten an den hergestellten Asphaltmischgutarten weiter zunehmen wird. Aufgrund der höheren Qualitätsanforderungen und dem damit verbundenen höheren Aufwand für das Asphaltgranulat-Management werden bisher in diesen Mischgutvarianten keine bzw. nur geringe Anteile von Asphaltgranulat recycelt.

Grundsätzlich kann durch die frühzeitige Identifikation von Modifikationen bzw. der Ausschluss von problematischen Ausbaustoffen der insgesamt erforderliche Untersuchungsaufwand reduziert werden. Über die Anforderungen gemäß TL AG-StB hinausgehende Analysen an als konventionell eingestuftem Asphaltgranulaten mit Straßenbaubitumen sind nicht erforderlich. Weiterhin kann auf eine flächenintensive Zwischenlagerung der Ausbauasphalte verzichtet werden. Die bessere Homogenität der Asphaltgranulathalden ermöglicht höhere Recycling-Zugabemengen auch in Asphaltdeck- und -binderschichten, sodass insbesondere der Ressourceneinsatz bei qualitativ hochwertigem Gestein reduziert werden kann.

Durch den Einsatz von Prüfverfahren, welche an den werkseigenen Laboren durchführbar sind, wird die Wettbewerbsfähigkeit insbesondere von kleinen und mittleren Asphaltherstellern ohne Zentrallabore gesteigert.

3. Wissenschaftlich-technischer Ansatz

3.1 Stand der Forschung und Wissenschaft

Im Rahmen der Qualitätssicherung bei der Herstellung von Asphalt werden Eingangsprüfungen an die eingesetzten Baustoffkomponenten bei der werkseigenen Produktionskontrolle gefordert. Für jede Lieferung von Ausbauasphalt ist dafür eine organoleptische Prüfung vorgesehen, anhand der die Asphaltart bestimmt sowie gefährliche bzw. schädliche Inhaltsstoffe (z. B. Teer) identifiziert werden sollen (DIN EN 13108-21). Falls anhand der Angaben des Lieferscheins nicht zweifelsfrei das Vorhandensein von teer-/pechtypischen Bestandteilen ausgeschlossen werden kann, wird die Durchführung einer Schnellanalyse (z. B. nach dem Lackansprühverfahren) bzw. eine quantitative Bestimmung der Anteile teer-/pechtypischer Bestandteile empfohlen (FGSV, 2009).

Die organoleptische Prüfung des als Fräsgut bzw. gebrochene Schollen angelieferten Ausbauasphaltes erlaubt lediglich eine sehr grobe Einteilung der im Asphaltgranulat enthaltenen Asphaltart hinsichtlich der Verwendung in Asphaltdeck-, -binder- oder -tragschicht. Eine Beurteilung der im Ausbauasphalt enthaltenen Modifikationen kann

nicht erfolgen, welche die Wiederverwendung in neuem Asphaltmischgut beeinträchtigen können. So führen z. B. zugegebene Polymere, viskositätsverändernde Zusätze oder Gummigranulat zu einem Anstieg des Erweichungspunkt Ring und Kugel, welcher für die Beurteilung der Recyclingfähigkeit des aus dem Ausbauasphalt aufbereiteten Asphaltgranulates verwendet wird. Durch die frühzeitige Identifikation von viskositätsbeeinflussenden Modifikationen kann angelieferter Ausbauasphalt dahingehend geprüft werden, ob zusätzliche Untersuchungen zur Bestimmung der Recyclingfähigkeit erforderlich sind.

Ein Prüfverfahren, mit dem sowohl verschiedene Modifikationen als auch das Vorhandensein von teer-/pechtypischer Bestandteile identifiziert werden können, ist die Fourier-Transformations-Infrarotspektroskopie (FTIR). Bei der Variante unter Nutzung abgeschwächter **Totalreflexion** (attenuated total reflection ATR), wird ein interferierender Lichtstrahl auf die zu untersuchende Probe gelenkt, welche den Lichtstrahl reflektiert. Bestimmte Wellenlängen des Lichtes regen oberflächennahe Moleküle bzw. die darin enthaltenen chemischen Bindungen zu Resonanzschwingungen an, wodurch Energie aus dem Lichtstrahl absorbiert wird. Die Ausprägung dieser Absorbanzen bei unterschiedlichen Wellenzahlen, die am reflektierten Lichtstrahl gemessen werden, sind spezifisch für bestimmte chemische Bindungen. Somit können zum Beispiel aromatische und aliphatische Kohlenwasserstoffbindungen anhand der bei unterschiedlichen Wellenzahlen auftretenden Absorbanzen identifiziert werden.

Da Bitumen und auch Teer sowie die häufigsten im Asphalt eingesetzte Additive aus Gemischen verschiedener Kohlenwasserstoff-Moleküle bestehen, ist eine **vollständige** Identifikation einzelner Asphaltbestandteile nicht möglich. Allerdings können bestimmte, anhand von Peaks charakterisierte Bindungen zur Identifikation verschiedener Inhaltsstoffe im Bitumen verwendet werden. So können z. B. C=C-Doppelbindungen identifiziert werden, welche in den für PAK-charakteristischen Benzol-Ringen auftreten. **Die spezifischen Wellenzahlen**, welche **bereits** zur Identifikation von PAK mittels FTIR verwendet wurden, sind in **Tabelle 1** zusammengestellt.

Abbildung 1 zeigt die an zwei Bindemitteln gemessenen FTIR-Spektren. Insbesondere für die in **Tabelle 1** zusammengestellten Wellenzahlen können deutliche Unterschiede zwischen den beiden gemessenen IR-Spektren erkannt werden. So weist das Spektrum der Probe 2 (Teer) bei den genannten Wellenzahlen deutliche Peaks auf. Allerdings weist auch Straßenbaubitumen (Probe 1) bei zahlreichen der in Tabelle 1 genannten Wellenzahlen Resonanzerscheinungen auf. Allerdings sind drei Wellenzahlen

hervorgehoben, bei denen ausschließlich die Teer-Probe Spektren-Peaks zeigt. Für eine zuverlässige Unterscheidung von Bitumen und Teer bzw. Pech reichen die vorliegenden Untersuchungen nicht aus, welchen nicht Straßenbau-spezifische Proben zu Grunde lagen.

Tabelle 1: Wellenzahlen, an welchen in FTIR-Messungen PAK-spezifische Peaks auftreten.

Spezifische Wellenzahl [cm ⁻¹]	Beschreibung	Quelle
3050 / 2925	Verhältnis aus aromatischen C-H Verbindungen zu aliphatischen C-H Verbindungen (Valenzschwingungen)	Gargiulo et al. (2015), Alicaniz-Monge et al. (2000), Russo et al. (2014),
1707	Valenzschwingungen C=C von Benzolringen (aromat. Verbindungen)	Guliyeva et al. (2015),
1600	Aromatische Ringstrukturen C=C (Valenzschwingungen)	Guliyeva et al. (2015), Russo et al. (2014), Apicella et al. (k.A.)
2925, 1450	Methylen-Gruppen, -CH ₂ -Bindungen	Apicella et al. (k.A.)
2850, 1375	Methyl-Gruppen, -CH ₃ -Bindungen	Alicaniz-Monge et al. (2000), Russo et al. (2014), Apicella et al. (k.A.)
750	Substituierte aromatischer CH-Verbindungen (Deformationsschwingungen)	Gargiulo et al. (2015), Alicaniz-Monge et al. (2000), Russo et al. (2014)

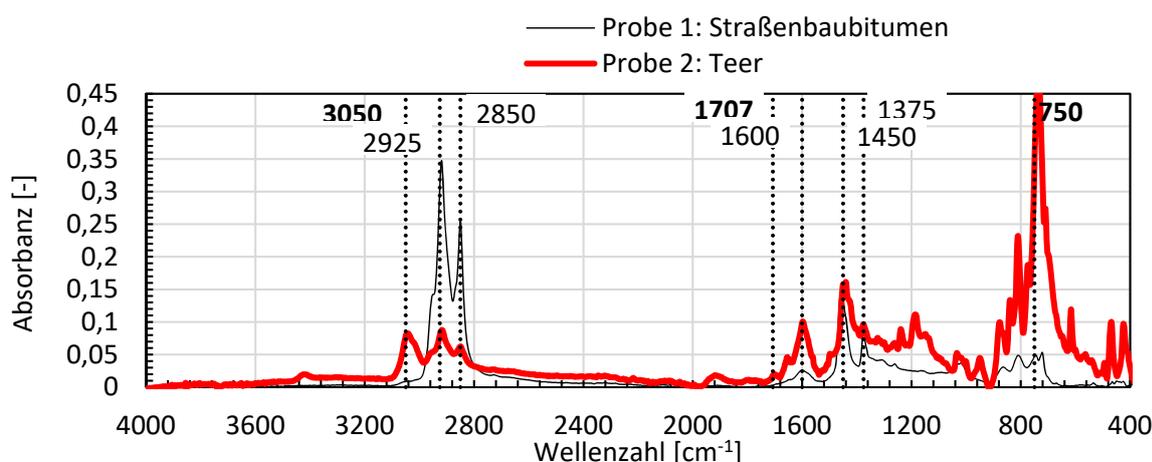


Abbildung 1. FTIR-Spektren eines Teersands und eines unmodifizierten Bindemittels sowie Wellenzahlen zur Identifikation von PAK nach Tabelle 1

Neben der Detektion von PAK- bzw. phenolbelasteten Ausbaustoffen können FTIR-Messungen bereits bei der Anlieferung dazu genutzt werden verschiedene Alterungszustände über den Oxidationsfortschritt (Hamzah et al. (2001), Lu et al. (2002), Michalica et al. (2008), Valcke et al. (2009), Mollenhauer et al. (2012), Marsac et al. (2014)) sowie das Vorhandensein von Polymeren im Bitumen (Lu et al. (1998), Mouillet et al. (2008) und Zhang et al. (2011)) und Wachsen (Thimm (2009), Mollenhauer et al. 2015) qualitativ nachzuweisen. Weigel und Stephan (2017) wendeten Verfahren der

Multivarianzanalyse an, um die komplexen Spektren von FTIR-Bitumen verschiedener Provenienzen auszuwerten und mit rheologischen Bitumeneigenschaften zu korrelieren.

Um ein schnelles Ergebnis der Wareneingangs-Prüfung zu erhalten, sollte auf eine aufwändige Probenvorbereitung verzichtet werden. Insbesondere die bisher erforderliche Extraktion und Rückgewinnung des Bindemittels erfordert im Regelfall eine längere Prüfdauer, sodass eine Zwischenlagerung angelieferten Straßenaufbruches noch immer erforderlich ist. Daher ist zu untersuchen, ob die aufgezeigten Unterschiede der Spektren auch an Asphaltmörtelproben identifiziert werden können, welche ohne Extraktion und Bindemittelrückgewinnung aus Straßenaufbruch-Proben gewonnen werden können.

Dazu wurden Tastprüfungen zur Antragsvorbereitung durchgeführt, bei denen im Labor Asphaltmörtel hergestellt wurden. An den Ausgangsbaustoffen (Kalksteinmehl, Straßenbaubitumen, F.-T.-Wachs) wurden jeweils die FTIR-Spektren bestimmt. Nach Herstellung des Asphaltmörtels wurde ebenfalls das IR-Spektrum gemessen. Die Ergebnisse zeigen, dass sowohl die verwendete Füllerart als auch die Bindemittelmodifikationen qualitativ bestimmt werden konnten, vgl. [Abbildung 2](#). Im oberen Bereich sind die an Kalksteinfüller, Straßenbaubitumen und aus beiden unter Wachs Zugabe hergestellten Mörtelmischung gemessenen Spektren gezeigt. Das untere Bild zeigt das Ergebnis einer Spektrensubtraktion, bei der von dem Mörtelspektrum die Spektren des Straßenbaubitumens und des Kalksteinfüllers abgezogen wurden. Es verbleiben Peaks (Wellenzahlen 720 cm^{-1} und 730 cm^{-1}), welche charakteristisch für das zugegebene Wachsadditiv sind.

Für die FTIR-Analyse des Asphaltgranulat-Mörtels kann die Ausbausphaltprobe granuliert werden (z. B. mittels Granulator zur Probenvorbereitung im Rahmen der Rohdichtebestimmung). Hier hat sich in Vorversuchen gezeigt, dass die Fraktion 0,25/2,0 mm den höchsten Bindemittelgehalt aufweist. Diese sandförmige Probe kann mittels FTIR/ATR analysiert werden. Dies kann unter den Bedingungen der in Asphaltmischwerken verfügbaren Laboren erfolgen. Dort im Regelfall beschäftigte Baustoffprüfer sind geschult in Probenhomogenisierung und -teilung sowie in grundlegenden analytischen Methoden.

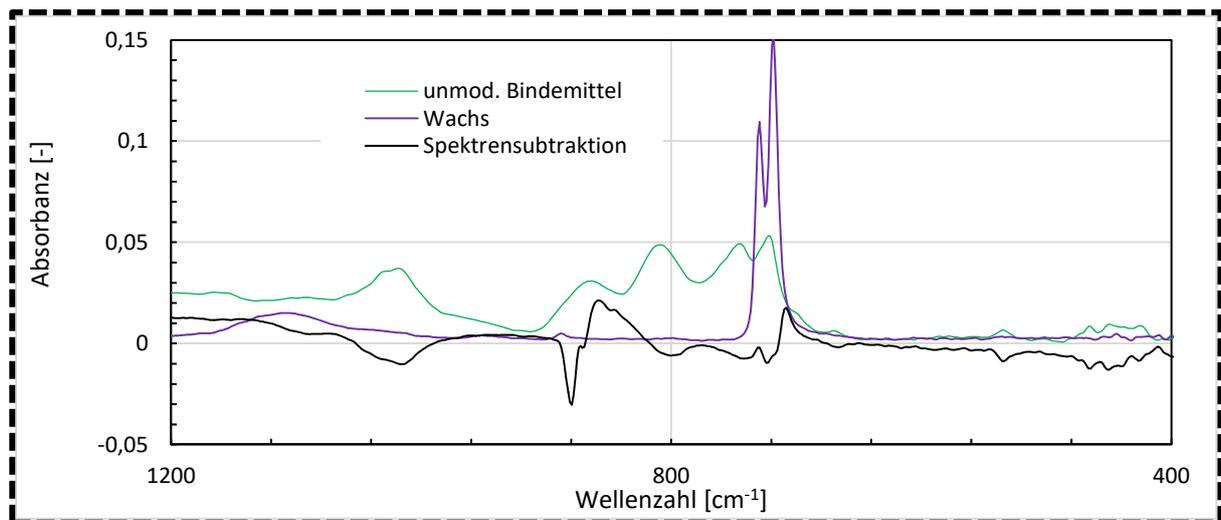
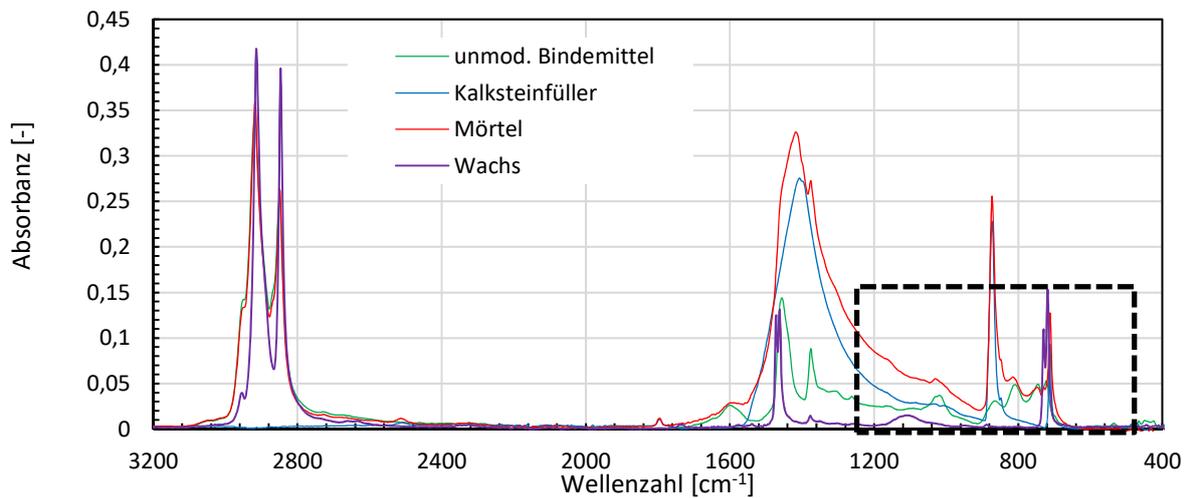


Abbildung 2. FTIR-Absorbanz-Spektren der Baustoffkomponenten Bitumen, Kalksteinfüller, Wachs und des daraus hergestellten Asphaltmörtels (oben) sowie das Substraktionspektrum (Asphaltmörtel – Kalksteinfüller – Bitumen) im Vergleich zu dem Spektrum des Bitumens und des F.-T.-Waxes (unten) im Fingerprint-Bereich des Spektrums.

3.2 Forschungsziel und Arbeitshypothese

Ziel des beantragten Forschungsprojektes ist die Entwicklung und Erprobung eines Verfahrens zur Eingangscharakterisierung von Straßenausbaustoffen, **welches die Identifikation problematischer Inhaltsstoffe sowie in Asphalten ursprünglich eingesetzten Modifikationen ermöglicht.** Bei Eignung der untersuchten Analyse-Methode steht bei Projektende ein im Asphaltmischwerklabor anwendbares Prüfverfahren zur Verfügung, **welches die FTIR-Messung sowie die quantitative Auswertung der Messung anwenderfreundlich ermöglicht.**

4. Lösungsweg

Der vorgeschlagene Lösungsweg zur Entwicklung und Erprobung eines Verfahrens zur FTIR-Analyse von Ausbaurasphalt zur Verbesserung der Wiederverwendung in Asphaltmischgut umfasst insgesamt neun Arbeitspakete:

1. Aufbau einer Asphalt-spezifischen **Spektrenbibliothek** für die Identifikation von problematischen Inhaltsstoffen (z. B. PAK) sowie gängiger Modifikatoren und Zusatzmittel,
2. Optimierung des **Verfahrens zur Gewinnung von repräsentativen Asphaltmörtelproben** aus Ausbaurasphalten für die FTIR-Analyse,
3. **Labor-Konzeption** der FTIR-Untersuchungsmethodik an Proben mit bekannter und definierter Zusammensetzung,
4. **Validierung** der FTIR-Analytik an **repräsentativen Ausbaurasphalten** mit möglichst bekannter Zusammensetzung mit paralleler Analyse durch herkömmlichen Verfahren,
5. **Praxiserprobung** der FTIR-Analytik in einem Asphaltmischwerk.
6. **Wissenstransfer**.

4.1 Bearbeitungsschritte und Personaleinsatz

Im Folgenden werden die einzelnen Arbeitspakete im Detail beschrieben. Der erforderliche Personaleinsatz für wissenschaftliche Beschäftigte sowie studentische Hilfskräfte (40 h/Monat) sind je Arbeitsschritt angegeben.

AP 1: Aufbau einer Spektrenbibliothek

Grundlage für systematische FTIR-Analysen sind Spektren bekannter chemischer Stoffe, welche in untersuchten Proben identifiziert werden können. In Asphalt sind jedoch eine Vielzahl chemischer Stoffe enthalten. So sind die verwendeten Bitumen Rückstände der Rohöldestillation und bestehen aus einem Molekularcocktail von tausenden verschiedenen Kohlenwasserstoffverbindungen, welche sich infolge der Rohölentstehung sowie dem Raffinerie-Prozess gebildet haben. Ebenso weisen Gesteinskörnungen variable Kristall-Strukturen auf. Aus diesem Grunde wird eine Spektrenbibliothek benötigt, in denen sowohl eine Anzahl von Bitumen unterschiedlicher Provenienz sowie gängige Gesteinsarten erfasst werden. Dabei werden auch die Veränderungen der Spektren des Bitumens infolge Alterung berücksichtigt. Um bestimmte Additive und problematische Inhaltsstoffe identifizieren zu können, werden IR-Spektren für

diese chemisch oft klarer definierten Stoffe erfasst und in die Bibliothek eingepflegt (z.B. SBS-Polymere, PAK-16).

Die Spektren können zum Teil aus vorliegenden Studien übernommen werden. Weitere werden durch eigene Messungen ergänzt.

Ergebnis des Arbeitspaketes ist eine Spektrenbibliothek, welche zur Identifikation von problematischen Inhaltsstoffen in Ausbauasphalten im Laufe des Projektes verwendet und erweitert wird. Nach Projektabschluss wird die Bibliothek der Fachöffentlichkeit (z. B. durch Download-Files) unentgeltlich zur Verfügung gestellt.

AP 1a: Spektrenrecherche zur Identifikation relevanter Wellenzahlen zur Identifikation verschiedener Bitumen, Gesteine sowie Zusatzstoffe, insbesondere PAK sowie verschiedener Asphaltadditive (Monate 1 - 3):

Aufbau einer Spektrenbibliothek für die Identifikation von teer-/pechhaltigen Bestandteilen von Straßenaufbruch sowie Asphalt-Additive anhand veröffentlichter Spektren:

- Bitumen in verschiedenen Alterungsstadien,
- Gesteinskörnungen / Mineralien
- PAK-16-Indikatorstoffe
- Additive (z. B. SBS, EPA)

3 PM E13 (50 %); 3 PM Hiwi

AP 1b: Beschaffung und Untersuchung von Referenzmaterialien (Monate 2 – 7):

Aufbau und Ergänzung der Spektrenbibliothek durch Beschaffung und FTIR-Analyse von Referenzproben, insbesondere solcher, die nicht durch Recherche eingepflegt wurden. Dazu werden AsphaltHersteller kontaktiert, um entsprechende Proben zu identifizieren und liefern zu können. Insbesondere werden Spektren gemessen von:

- Bitumen in verschiedenen Alterungsstadien (mind. 15 Provenienzen bzw. Sorten)
- Gesteinskörnungen / Mineralien (mind. 15 Gesteinsarten)
- PAK-16-Indikatorstoffe, Phenole
- Additive (z. B. SBS, EPA, Wachse, Gummigranulat, Rejuvenatoren, Faserstoffe)

4 PM E13 (50 %); 9 PM Hiwi

AP 2: Optimierung des Verfahrens zur Gewinnung von repräsentativen Asphalt-Mörtelproben aus Ausbauasphalten für die FTIR-Analyse (Monate 4 – 9):

Die FTIR-Messungen zur Identifikation von problematischen Inhaltsstoffen in Straßenausbauproben erfordert deren Aufbereitung zu einem Mörtel (Gestein-

Bitumen-Mischung). Dies konnte in Vorstudien erfolgreich durch ein Granulieren der Probe und Absieben der feinen Granulatanteile erreicht werden. Um repräsentative Proben des Ausbausphaltes zu erlangen, werden folgende Aufbereitungsschritte durch Untersuchungen an mindestens 5 realen Ausbausphaltpollen (Fräsgut und Schollen) untersucht:

- Optimierung des Granulierverfahrens (Variation von Temperatur und Dauer)
- Bestimmung der Bindemittelgehalte verschiedener Kornklassen der granulierten Probe zur Erfassung der optimalen (bindemittelreichsten) Mörtelprobe
- Überprüfung der Repräsentanz der Mörtelprobe durch vergleichende FTIR-Analysen an aus dem Gesamt-Granulat und dem Mörtel rückgewonnenen Bindemitteln

1 PM E13 (50 %); 6 PM Hiwi

AP 3: Konzeption der Untersuchungsmethodik

Durch die Analyse von im Labor hergestellten Mörtelproben bekannter Zusammensetzung, Modifikation sowie Alterungszustand können die gemessenen FTIR-Spektren den verschiedenen Materialzusammensetzungen zugeordnet werden. Unter Anwendung verschiedener statistischer Verfahren wird eine Auswertemethodik für die Stoffanalyse von Asphaltmörteln mittels FTIR entwickelt.

AP 3a: Herstellung und FTIR-Analyse von Asphalt(mörtel)proben mit bekannten Eigenschaften (Monate 7 – 15):

Im Labor werden verschiedene Asphaltmischgut-Varianten bei Verwendung variiertes Gesteins und Bindemittel sowie unter Zugabe verschiedener Asphaltmodifikationen hergestellt und einer Alterungssimulation unterzogen (z. B. mittels Wärmeschrank nach prEN 12697-52). Die FTIR-Analytik an aus diesen Asphaltproben mittels Granulieren gewonnenen Mörtelproben wird dahingehend optimiert, dass die eingesetzten Modifikationen identifiziert werden können. Unter anderem werden Prüfparameter wie Scananzahl sowie die geräte-technische Modifikation (Art des ATR-Kristalls) variiert.

1 PM E13 (100 %), 6 PM Hiwi

AP 3b: Umsetzung statistischer Analyseverfahren für die Stoffanalyse von Mörtelproben anhand von FTIR-Spektren (Monate 7 – 15):

Verschiedene statistische Auswerteverfahren (u. A. Multivariationsanalyse, Multiple Regression, Neuronale Netze) werden erprobt um die FTIR-Spektren zur

Identifikation der relevanten Inhaltsstoffe zu identifizieren und quantifizieren. Daneben erfolgt die Anwendung von Auswertesoftware der Gerätehersteller. Aus den untersuchten Analyseverfahren wird das bestgeeignete für die weiteren Untersuchungen ausgewählt.

6 PM E13 (100 %)

AP 4: Validierung der FTIR-Analytik an repräsentativen Ausbauasphalten mit möglichst bekannter Zusammensetzung mit paralleler Analyse durch herkömmlicher Verfahren,

AP 4a: Beschaffung von repräsentativen Straßenausbauproben und Analyse hinsichtlich teer-/pechhaltiger Stoffe (Monate 13 – 16)

Aus verschiedenen Bundesländern werden repräsentative Bohrkern- sowie Straßenausbaustoff-Proben beschafft, welche PAK-haltige Schichten enthalten. Die mittels FTIR-Analytik ermittelten Schadstoffgehalte werden mit den Ergebnissen herkömmlicher Analysen vergleichend bewertet. Dabei soll auf bereits verfügbare Ergebnisse von an den Proben durchgeführter quantitativen PAK-Analysen zurückgegriffen werden. In Einzelfällen werden PAK-Analysen mittels HPLC extern durchgeführt. Anhand dieser Referenzwerte erfolgt die Validierung der FTIR-Analysen.

Insgesamt sollen dabei ca.60 verschiedene Ausbauproben beschafft und untersucht werden.

1 PM E13 (100 %); 7 PM Hiwi

AP 4b: Untersuchung repräsentativer Straßenausbaustoffe hinsichtlich enthaltener Asphaltmodifikationen (Monate 15-18)

Zur Beschaffung repräsentativer Proben werden Straßenbefestigungen, in welchen modifizierte Asphalte eingesetzt wurden (z. B. Untersuchungsstrecken) beprobt (Bohrkernproben bzw. bei Rückbau anfallendes Fräsgut). Die Ergebnisse von FTIR-Analysen an unterschiedlich aufbereiteten Ausbauproben werden einem Spektrenvergleich mit den Referenzspektren unterzogen um zu prüfen, ob die enthaltenen Modifikationsmittel identifiziert werden können. Durch das Einbeziehen von Asphalten ohne Modifikatoren werden Gegenproben durchgeführt.

Insgesamt sollen hierbei mindestens 40 Ausbauproben beschafft und untersucht werden.

1 PM E13 (100 %); 4 PM Hiwi

AP 4c: Validierung, Anpassung und der statistischen Auswerteverfahren (Monate 17-21)

Die in Arbeitspaket 3c identifizierten und umgesetzten statistischen Analyseverfahren werden anhand der aus der Praxis entnommenen Ausbauasphaltproben Validierung und angepasst. Daraus wird eine Analysesoftware erarbeitet, welche die Auswertung von im Asphaltmischwerklabor bestimmten FTIR-Spektren hinsichtlich einer quantitativen Stoffanalyse ermöglicht.

3 PM E13 (100 %)

AP 5: Praxiserprobung des Verfahrens zur Eingangscharakterisierung von Straßenausbaustoffen (Monate 19-22)

Zur Überprüfung der Praxistauglichkeit werden die Verfahren zur Identifikation von schädlichen Bestandteilen sowie von Asphaltadditiven und zur Bestimmung der Asphaltart und –sorte an einem Asphaltmischwerk erprobt. Dazu wird das FTIR-system im Qualitätssicherungslabor des Mischwerkes installiert. Die Messungen sollen durch Mitarbeiter der Forschungsstelle (Hiwi) und auch durch Baustoffprüfer des Asphaltherstellers durchgeführt werden. Dabei wird auch die Prüfdauer bis zum Vorliegen der erforderlichen Ergebnisse bestimmt. Anhand der beobachteten Praxisumsetzung werden die Verfahren für FTIR-Messung sowie der Auswertung angepasst.

1 PM E13 (100 %); 6 PM Hiwi

AP 6: Wissenstransfer (Monate 1-24)

Um bei Projekterfolg eine zeitnahe Umsetzung der Eingangscharakterisierung von Ausbauasphalt zu unterstützen, werden verschiedene Maßnahmen des Ergebnistransfers umgesetzt:

Fachveröffentlichungen

Das Forschungsprojekt und erreichte Zwischenergebnisse werden bereits während der Projektlaufzeit in Fachartikeln vorgestellt. Der Ergebnistransfer dient zum einen der Information der Asphalt herstellenden Industrie und zum anderen zur Berücksichtigung externer Anregungen während des Projektes.

Projektvorstellung und-diskussion in Fachgremien

Die im Rahmen des Forschungsprojektes erreichten Projektergebnisse werden regelmäßig sowohl im projektbegleitenden Ausschuss als auch im FGSV-Arbeitskreis AK 7.6.3 „Zerstörungsfreie Prüfverfahren“, in welchem auch lösemittelfreie Asphaltanalysen behandelt werden, vorgestellt und diskutiert.

Berichtlegung

Im Schlussbericht werden die Projektergebnisse umfassend zusammengestellt und diskutiert. Zusätzlich werden als Anhang des Berichtes Vorschläge für die Umsetzung der Eingangscharakterisierung von Straßenausbaustoffen erarbeitet. Dies betrifft u. a. Änderungs- und Ergänzungsvorschläge für das technische Regelwerk (TL AG-StB; M WA), sowie die DIN EN bzw. EN 13108-8. Die Änderungsvorschläge für die Europäische Norm werden in englischer Sprache verfasst.

Wesentlicher Teil des Schlussberichtes ist die Programmumsetzung der statistischen Spektrenauswertung inklusive der im Projekt erarbeiteten Spektrenbibliothek, welche zukünftigen Nutzern der FTIR-Analytik als Download zur Verfügung gestellt wird.

5 PM E13 (100 %)

4.2 Arbeitsdiagramm

Die zeitliche Abfolge der Arbeitspakete und der jeweils enthaltende Arbeitsaufwand (Personaleinsatz) sind in Tabelle 2 aufgeführt.

Tabelle 2: Arbeitsplan

AP	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	Summe
	2019				2020												2021								
	9	10	11	12	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	1	2	3	4	5	6	7	8	
AP1a	x	x	x																						3
AP1b		x	x	x	x	x	x																		6
AP2				x	x	x	x	x	x																6
AP3a							x	x	x	x	x	x													6
AP3b							x	x	x	x	x	x	x	x	x										9
AP4a													x	x	x	x									4
AP4b															x	x	x	x							4
AP4c																	x	x	x	x					4
AP5																			x	x	x	x			4
AP6							x						x						x	x	x	x	x	x	8
Personaleinsatz (HPA)																									
A*	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	21	
F1**	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	22	
*HPA-A: Wissenschaftlicher Beschäftigter mit abgeschlossener wissenschaftlicher Hochschulausbildung (TVL-H E13)																									
**HPA-F: Zwei studentische Hilfskräfte (Hiwi), je 40 h/Monat. (Im Einzelfinanzierungsplan wird eine Tätigkeit von 40h/Monat als ein voller Personenmonat angegeben).																									

5. Umsetzbarkeit und Transfer der Ergebnisse

5.1 Aussagen zur voraussichtlichen industriellen Umsetzung der FuE-Ergebnisse nach Projektende

In Zukunft wird die Straßenerhaltung gegenüber dem Neubau von Verkehrsflächen weiter an Bedeutung gewinnen. Damit sinkt zukünftig der Anteil der Asphalttragschichten, in denen zurzeit der maßgebliche Anteil des Asphaltgranulates wiederverwendet wird. Dafür wird im Rahmen der Instandsetzung und Erneuerung vermehrt Asphaltmischgut für Deck- und Binderschichten hergestellt. Die hohen Qualitätsansprüche an diese Schichten erfordern eine Optimierung des Asphaltgranulat-Managements. Das vorgeschlagene Verfahren kann bei Eignungsnachweis der **untersuchten** Analyseverfahren zu einer **erheblichen** Reduzierung des **Analyseaufwandes an Asphaltgranulat** führen, da **problematische Ausbaustoffe** direkt bei Anlieferung identifiziert werden können. Durch die **frühzeitige Charakterisierung des Asphaltgranulates** wird eine **sortenreine Lagerung der Ausbaustoffe** erreichen. Dadurch wird zum einen weniger Haldenfläche für die **Zwischenlagerung des Ausbauasphaltes** benötigt. Weiterhin werden **homogenere Granulatlager** erreicht, wodurch ein wesentlicher Beitrag für die **sortenspezifische Wiederverwendung des Ausbaustoffes in Asphaltdeck- und Asphaltbinderschichten** erreicht wird.

Dementsprechend hoch ist der Bedarf der gesamten Asphalt herstellenden Industrie an einem geeigneten Analyseverfahren. Da bisher kein Prüfverfahren existiert sowie aufgrund der apparativen Einfachheit der FTIR-Analytik und der vergleichsweise preiswerten Beschaffung ist eine zeitnahe Umsetzung an vielen Mischwerken zu erwarten.

5.2 Plan zum Ergebnistransfer in die Wirtschaft

5.2.1 Geplante spezifische Transfermaßnahmen während der Projektlaufzeit

Innerhalb der Projektlaufzeit sind die in [Tabelle 3](#) zusammengestellten Transfermaßnahmen geplant. Für die Erstellung von Fachaufsätzen werden im Zeit- und Arbeitsplan entsprechende Kapazitäten eingeplant (vgl. Tabelle 3).

Tabelle 3: Geplante Transfermaßnahmen im Rahmen der Projektlaufzeit

Maßnahme	Ziel	Ort/Rahmen	Datum/ Zeitraum
Ergebnistransfer sowie Berücksichtigung von Praxiswissen im Projekt	Information und Austausch mit der interessierten, im projektbegleitenden Ausschuss vertretenen Industrie	Sitzung des PbA	regelmäßig
Information der Öffentlichkeit	Information über das Projekt	Homepage der Forschungsstelle sowie des DAI	ab Projektbeginn
Projektvorstellung und Bericht über Zwischenergebnisse in relevanten technischen Ausschüssen .	Information der für die Erstellung des technischen Regelwerkes zuständigen Experten sowie Einholen von externen Anregungen	FGSV-AA 7.6 "Prüfung von Asphalt" FGSV-AK 7.6.1 "Entwicklung und Anwendung von Prüfverfahren" sowie FGSV-AK 7.8 "Wiederverwertung von Asphalt"	Halbjährliche Sitzungen der Gremien
Fachaufsatz zur Projektvorstellung	Information der Asphalt herstellenden Industrie über das Projekt und Vorstellung erster Ergebnisse	Zeitschrift "asphalt"	ca. 01/2020
Fachvortrag	Vorstellung des Verfahrens für die Eingangsprüfung von Ausbaupasphalt	DAV/DAI Asphaltseminar, Willingen	ca. 03/2020 und/oder 03/2021
Schlussbericht	Umfassende Darstellung der Projektergebnisse und Verfahrensbeschreibung der optimierten Eingangsprüfung inkl. Umsetzungsvorschläge für das technische Regelwerk	Schlussbericht; online eingestellt durch die Forschungsvereinigung	08/2021
Lehrtätigkeit an Hochschule	Ergebnistransfer in die Lehre	Straßenwesen-Lehrstühle deutscher Hochschulen	ab 2020

5.2.2 Geplante spezifische Transfermaßnahmen nach Abschluss des Vorhabens

Die Ergebnisse des Forschungsprojektes werden in einer Fachveröffentlichung zusammengefasst. Bei Projekterfolg werden zusätzliche Transfermaßnahmen durchgeführt, welche die Umsetzung des Forschungsergebnisses unterstützen, vgl. [Tabelle 4](#).

Tabelle 4: Geplante Transfermaßnahmen nach Abschluss des Projektes

Maßnahme	Ziel	Ort/Rahmen	Datum/ Zeitraum
Zusammenfassender Fachaufsatz	Information der Asphalt herstellenden Industrie über die Projektergebnisse	Zeitschrift "asphalt"	ca. 09/2021
Veröffentlichung des Schlussberichtes	Umfassende Information der Fachöffentlichkeit sowie frei zugängliche Dokumentation der Untersuchungsergebnisse	Homepage des Deutschen Asphalt Instituts (http://www.asphalt.de/site/startseite/literatur/infomaterial_download/forschungsberichte/)	ca. 09/2021
Fachvortrag	Umsetzungsvorschlag des WPK-Verfahrens	DAV/DAI Asphaltseminar, Willingen	ca. 03/2022
Mitarbeit in relevanten technischen Ausschüssen .	Vorstellung und Einarbeitung der erarbeiteten Änderungsvorschläge für das technische Regelwerk	FGSV-AA 7.6 "Prüfung von Asphalt" FGSV-AK 7.6.3 " Zerstörungsfreie Prüfverfahren " sowie FGSV-AA 7.8 "Wiederverwertung von Asphalt"	03/2022 und 09/2022

6. Durchführende Forschungsstelle

Universität Kassel, Der Präsident
Mönchebergstraße 19
34125 Kassel

ausführende Abteilung:
Fachbereich Bauingenieur- und Umweltingenieurwesen
SG Bau und Erhaltung von Verkehrswegen
Dr.-Ing. Konrad Mollenhauer
Mönchebergstraße 7
34125 Kassel
Tel.: 0561 804 2648
Fax: 0561 804 3228
k.mollenhauer@uni-kassel.de

7. Literaturverzeichnis

Alicaniz-Monge, J. Cazorla-Amoros, D und Linares-Solano, A. 2000. Characterisation of coal tar pitches by thermal analysis, infrared spectroscopy and solvent fractionation. *Fuel*, 80, pp. 41-48.

Apicella, B. Alfè, M., Gargiulo, V., Ciajolo, A und Millan M. A. k.A. Fractionation and analysis of coal- and petroleum-derived samples. XXXVth Meeting of the Italian Section of the Combustion Institute.

Deutscher Asphalt Verband (DAV). 2014. Wiederverwendung von Asphalt. Nachhaltigkeit auf höchstem Niveau. Bonn.

Deutscher Asphalt Verband (DAV). 2015. Asphaltproduktion 2015. <http://www.asphalt.de/site/startseite/aktuelles/asphaltproduktion>.

FGSV. 2000. Prüfung von Straßenausbaumaterial auf carbostämmige Bindemittel - Schnellverfahren - Mitteilungen und Anregungen von Mitgliedern des Arbeitskreises Laboratoriumstechnik.

FGSV. 2009. Erläuterungen zur DIN EN 13108 – Asphaltmischgut – Mischgutanforderungen – Teil 21: Werkseigene Produktionskontrolle.

FGSV. 2014a. Technische Lieferbedingungen für Asphaltgranulat. TL AG-StB.

FGSV. 2014b. Merkblatt für die Wiederverwendung von Asphalt. M WA.

Gargiulo, V., Apicella, B., Alfe, M., Russo, C., Stanzione, F., Tregrossi, A., Amoresano, A., Millan, M. und Ciajolo, A. 2015. Structural Characterization of Large Polycyclic Aromatic Hydrocarbons. Part 1: The Case of Coal Tar Pitch and Naphtalene-Derived Pitch. *Energy & Fuels*, 29, pp. 5714 – 5722.

Guliyevy, N.K., Ibadov, N. A., Aliyeva-Chichek, S. F. und Aliyev, S. M. 2015. Radiation resistance of tar fractions of bituminous oil. *Journal of Radiation Research*, Vol. 2, No. 1, Baku

Hamzah, M. O.; Shahadan, Z. 2011. Effects of Aging on the Physical, Rheological and Chemical Properties of Virgin Bitumen Incorporating Recovered Reclaimed Asphalt Pavement Binder. *Australian Journal of Basic and Applied Sciences* No. 5, pp. 1323-1331

Lu, X., Isacson, U. 2002. Effect of ageing on bitumen chemistry and rheology. *Construction and Building Materials* 16. Pp. 15-22.

Ma, T., Mahmoud, E. & Bahia, H.U. 2010. Estimation of Reclaimed Asphalt Pavement Binder Low-Temperature Properties without Extraction - Development of Testing Procedure. *Transportation Research Record (2179) / 2010*, pp. 58-65.

Marsac, P., Pierard, N., Porot, L., Van den bergh, W., Grenfell, J., Mouillet, V., Pouget, S., Besamusca, J., Farcas, F., Gabet, T. & Hugener, M. 2014. Potential and limits of FTIR methods for reclaimed asphalt characterization. *Materials & Structures*, Vol. 47, issue 8, pp. 1273-1286.

Michalica, P.; Daucik, P.; Zanzotto, L. 2008. Monitoring of compositional changes occurring during the oxidative aging of two selected asphalts from different sources. *Petroleum and Coal*, No. 50 (2), pp. 1-10.

Mollenhauer, K., Mouillet, V., Piérard, N., Tusar, M. and Gabet, T. 2012. Laboratory aging of asphalt mixtures – simulation of reclaimed asphalt and application as test method for durability. *Procs. of 5th Eurasphalt & Eurobitume congress, Istanbul 2012*, paper 273.

Mollenhauer, K., Simofske, D., Butz, T. & Oelkers, C. 2015. Ageing characteristics of warm mix asphalt binders modified with F-T wax - Benefits for efficient application and

adequate performance, Proceedings 11th Conference on Asphalt Pavements for southern Africa (CAPSA 2015), Sun City, South Africa, 2015.

Russo, C., Stanzione, F., Tregrossi, A. und Ciajolo, A. 2014. Infrared spectroscopy of some carbon-based materials relevant in combustion: Qualitative and quantitative analysis of hydrogen. Carbon, 74, pp. 127-138.

Swiertz, D., Mahmoud, E., Bahia, H.U. 2011. Estimating the effect of recycled asphalt pavements and asphalt shingles on fresh binder, low-temperature properties without extraction and recovery. Transportation Research Record (2208), 2011, pp. 48-55.

Täube, A. 2013. Welches Lösemittel verwenden wir zukünftig bei der Asphaltextraktion? Straße und Autobahn, Jg. 64, Nr. 11, S. 839-842.

Thimm, L. 2009. FT-IR und FTNIR spektroskopische Untersuchungen in Kombination mit chemometrischen Auswertalgorithmen zur Charakterisierung der chemischen Zusammensetzung von Straßenbaubitumen. Dissertation. Universität Duisburg-Essen. Institut für Physikalische Chemie, Essen.

Valcke, E.; Rorif, F.; Smets, S. 2009. Ageing of EUROBITUM bituminised radioactive waste. Journal of Nuclear Materials No. 393, pp.175-185.

Weigel, S. & Stephan, D. 2017. The prediction of bitumen properties based on FTIR and multivariate analysis method. Fuel 208 (2017), pp. 655-661.

Weingart, W. und Krüger, K. 2012. Entwicklung eines Verfahrens zur Bindemittelrückgewinnung nach Asphaltextraktion mit alternativen Lösemitteln aus nachwachsenden Rohstoffen. AiF-Forschungsprojekt Nr. 16287 BR. Dessau-Roßlau.

Wistuba, M., Alisov, A. & Büchler, S. k. A. Bitumenextraktion aus Asphalt mit dem nachwachsenden Rohstoff Kokosester. BMVI-Forschungsprojekt FE 07.0272/2013/ARB.

Yut, I., Bernier, A., Zofka, A. 2014. Prüftechnische Ansprache von Asphalt mittels Infrarotspektroskopie. Asphalt Pavements: Proceedings of the International Conference on Asphalt Pavements, Vol. 1, pp. 127-137.

Zhang, F.; Yu, J.; Han, J. 2011. Effects of thermal oxidative ageing on dynamic viscosity, TG/DTG, DTA and FTIR of SBS- and SBS/sulfur-modified asphalts. Construction and Building Materials No. 25, pp.129-137.

Leutner, R., Renken, P. und Lobach, T. 2005. Wirksamkeit der Zugabe von Asphaltgranulat auf die mechanischen Eigenschaften von Asphaltdeckschichten. Schriftenreihe Forschung Straßenbau und Straßenverkehrstechnik, Heft 908, Bundesministerium für Verkehr, Bau- und Stadtentwicklung (BMVBS), Bonn.

Dröge, C. 2001. Verwertung von Fräsasphalt in Deckschichten aus Asphaltbeton. Schriftenreihe Straßenwesen Heft 17, Institut für Straßenwesen, Technische Universität Braunschweig.

Renken, P. & Lobach, T. 2007. Einfluss der Zugabe von Ausbauasphalten ohne und mit PmB auf die Eigenschaften von Asphaltbindervarianten bei Verwendung von PmB 45, BMVBS-Forschungsprojekt Nr. FE 07.205/2003/BGB

Kassel, 23.11.2018

Konrad Mollenhauer



(Leitung SG Bau und Erhaltung von Verkehrswegen)