

---

## DETERMINATION OF THE TAR CONTENT IN OLD PAVEMENTS

MARTIN HUGENER

EMPA, Swiss Federal Laboratories for Materials Testing and Research, CH-8600 Dübendorf, Switzerland

---

### **Summary**

Road paving binders containing tar were used for decades in Switzerland and still are found in many old pavements. In the last twenty years it was recognized that tar, in contrast to bitumen, contains a large amount of hazardous Polycyclic Aromatic Hydrocarbons (PAH) and Phenols. For this reason the use of binders containing tar ceased for road construction. But pavement recycling confronted road constructors again with the tar problem. Depending on the tar content, recycling methods and applications are different. The known procedures for the determination of the tar content are either complicated and labour-intensive or show insufficient sensitivity.

In the laboratories of EMPA a method for the measurement of the tar content was developed using gel permeation chromatography. This method analyses no leading compounds like PAH's, but separates tar and bitumen due to their different molecular size. Therefore minimal sample preparation is necessary consisting solely of the dissolution of an asphalt sample in an appropriate solvent. The filtered solution can be used directly for the analysis. Quantification was carried out by adding an internal standard. Detection limit beyond 1% was accomplished for tar in binder, an adequate sensitivity for most applications. Hence, gel permeation chromatography is a fast and simple method with good precision for the determination of the tar content in old pavements.

---

# DÉTERMINATION DE LA TENEUR EN GOUDRON DANS LES ANCIENS REVÊTEMENTS ROUTIERS

MARTIN HUGENER

EMPA, Laboratoire fédéral d'essai des matériaux et de recherche, CH-8600 Dübendorf, Suisse

---

## Résumé

Les liants à base de goudron ont été utilisés en Suisse durant des décennies pour les revêtements routiers et on les retrouve ainsi encore sur de nombreuses routes. Dans le cours de ces 20 dernières années, on s'est rendu compte que le goudron, au contraire du bitume, contenait de grandes quantités d'hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP) et de phénols, à la suite de quoi l'utilisation des liants contenant du goudron a été cessée. Avec l'apparition du recyclage des anciens revêtements routiers, les constructeurs de route se sont vus à nouveau confrontés avec le problème du goudron. Suivant la teneur en goudron, le mode de recyclage et l'utilisation ultérieure de l'enrobé recyclé diffère. Plusieurs méthodes connues sont utilisées pour la détermination de la teneur en goudron, mais elles sont souvent longues et compliquées ou présentent une sensibilité insuffisante.

L'EMPA a développé une méthode permettant de déterminer la concentration en goudron dans les liants bitumineux à l'aide de la chromatographie sur gel perméable. Cette méthode ne repose pas sur la détermination de substances indicatrices (telles que les HAP) mais sépare le goudron et le bitume sur la base de la taille de leurs molécules. L'avantage de cette méthode réside dans le travail minime de préparation des éprouvettes qu'elle exige et qui se réduit à la dissolution d'un petit échantillon du revêtement routier dans un solvant approprié. La solution filtrée peut s'utiliser directement pour l'analyse, la quantification étant obtenue par l'adjonction d'un standard interne. Une limite de détection inférieure à 1 % de goudron dans le liant a été atteinte avec cette méthode, ce qui devrait suffire pour la plupart des exigences. La chromatographie sur gel perméable permet ainsi une détermination simple et rapide de la teneur en goudron avec une précision suffisante.

---

## BESTIMMUNG DES TEERGEHALTES IN ALTEN STRASSENBELÄGEN

MARTIN HUGENER

EMPA, Eidgenössische Materialprüfungs- und Forschungsanstalt, CH-8600 Dübendorf,  
Schweiz

---

### Zusammenfassung

Teerhaltige Bindemittel wurden in der Schweiz über Jahrzehnte für Strassenbeläge verwendet und sind deshalb noch in zahlreichen Strassen zu finden. In den letzten 20 Jahren wurde erkannt, dass Teer im Gegensatz zu Bitumen grosse Mengen an giftigen Polyzyklischen Aromatischen Kohlenwasserstoffen (PAK) und Phenolen enthält, weshalb die Verwendung von teerhaltigen Bindemitteln im Strassenbau eingestellt wurde. Durch das Recycling alter Strassenbeläge wird der Strassenbauer jedoch aufs neue mit dem Teer konfrontiert. Abhängig vom Teergehalt unterscheidet sich die Art des Recyclings und die weitere Verwendung des Recyclingsasphalts. Für die Bestimmung des Teergehaltes sind verschiedene Methoden bekannt, die aber oft kompliziert und arbeitsintensiv sind oder eine ungenügende Empfindlichkeit aufweisen.

An der EMPA wurde eine Methode entwickelt, um die Teerkonzentration in bituminösen Bindemitteln mittels Gelpermeationschromatografie zu bestimmen. Dieses Verfahren beruht nicht auf dem Nachweis einzelner Leitsubstanzen (z. B. PAK), sondern trennt Teer und Bitumen anhand ihrer unterschiedlichen Molekülgrösse auf. Von Vorteil ist vor allem die minimale Probenvorbereitung, die sich auf das Lösen einer kleinen Probe des Strassenbelags in einem geeigneten Lösungsmittel beschränkt. Die filtrierte Lösung kann direkt für die Analyse verwendet werden, wobei die Quantifizierung durch Zugabe eines internen Standards erfolgt. Eine Nachweisgrenze von unter 1% Teer im Bindemittel wurde für diese Methode erreicht, was für die meisten Anforderungen ausreichen dürfte. Die Gelpermeationschromatografie ermöglicht somit eine einfache und schnelle Bestimmung des Teergehaltes mit hinreichender Genauigkeit.



---

# BESTIMMUNG DES TEERGEHALTES IN ALTEN STRASSENBELÄGEN

MARTIN HUGENER, Chemiker

EMPA, Eidgenössische Materialprüfungs- und Forschungsanstalt, CH-8600 Dübendorf,  
Schweiz

---

## Einleitung

Während mehreren Jahrzehnten wurden in der Schweiz Strassenbeläge mit Bindemitteln hergestellt, die einen bestimmten Anteil an Teer enthielten. Zu jener Zeit wurde noch nicht erkannt, dass gewisse im Teer enthaltene Stoffe für die Umwelt gefährlich sein könnten. Erst im Verlaufe der letzten 20 Jahre wurde erkannt, dass Teer ein Problem für die Umwelt darstellen kann. Dazu beigetragen hat einerseits die rapide Verbesserung der chemischen Analytik und andererseits das allgemein gestiegene Umweltbewusstsein.

So wurde entdeckt, dass Teer, im Gegensatz zu Bitumen, beträchtliche Mengen an Polycyclischen Aromatischen Kohlenwasserstoffen (PAK) und Phenolen enthält. Einige PAK, vor allem die beiden Substanzen Benzo[a]pyren (BaP) und Dibenz[a,h]anthracen sind als Vorläufer stark krebserregender Substanzen erkannt worden. Phenole sind weniger giftig für den Menschen, sind aber starke Fischgifte und durch die Chlorierung bei der Trinkwasseraufbereitung können die giftigeren Chlorphenole gebildet werden.

Durch das Recycling alter Strassenbeläge wird der Strassenbauer wieder mit dem Teerproblem konfrontiert, denn die Höhe des Teergehaltes bestimmt die Art des Recyclings (heiss oder kalt) und die Möglichkeit der Deponierbarkeit (Grenzwerte für PAK). Deshalb muss er wissen, ob und wieviel Teer in einem alten Belag vorhanden ist, bevor er ihn recyceln oder deponieren kann.

Die Bestimmung des Teergehaltes in Bindemitteln kann entweder über Summenparameter oder mit anerkannten Leitsubstanzen erfolgen. Dazu wird oft der Gehalt an BaP oder einer Serie von PAK (z.B. nach EPA) in einer wässrigen Lösung bestimmt, die bei der Eluation von zerkleinertem Asphaltgranulat mit Wasser erhalten wird. Je nach verwendeter Methode für die Eluierung der PAK aus dem Recyclingasphalt treten jedoch zum Teil beträchtliche Unterschiede in der PAK-Konzentration auf. Abgesehen davon ist die PAK-Analyse sehr empfindlich auf die Art der Probenvorbereitung, vor allem, wenn nicht wässrige Eluate, sondern direkt das bituminöse Ausgangsmaterial untersucht wird [1]. Einfachere Methoden für die Bestimmung des Teergehaltes stützen sich auf Summenparameter wie Aromatengehalt [2], Fluoreszenzintensität [3] oder Grössenverteilung [4] ab. Dabei muss aber genau überprüft werden, wie stark der berechnete Teergehalt durch die unterschiedlichen Teer- bzw. Bitumensorten beeinflusst wird, respektiv wie gross der mögliche Fehler sein kann. Beispielsweise ist der Aromatengehalt von Bitumen stark von der Herkunft des Bitumens abhängig, weshalb für eine zuverlässige Quantifizierung die entsprechenden Bitumensorten als Referenz benötigt werden.

Die EMPA hat deshalb eine einfache Labormethode für die quantitative Teerbestimmung entwickelt, die weitgehend unempfindlich gegenüber der verwendeten Teer- und Bitumensorte ist. Da die Quantifizierung durch einen internen Standard erfolgt, erleichtert sie die Bestimmung des Teergehaltes in Asphaltgranulat und Bohrkernen, da der Bindemittelgehalt keinen Einfluss auf das Ergebnis hat.

## Experimenteller Teil

### Geräte

Das in dieser Arbeit verwendete Analysesystem bestand aus einem temperaturgesteuerten Gelpermeationschromatografie-Einheit Waters 150-C (Waters, Milford, USA) mit integriertem RI-Detektor und einem externen Waters PDA 996 Diodenarray-Detektor. Die Auswertung und Aufzeichnung der Chromatogramme erfolgte mit der Millennium 2010 Chromatografie-Software (Waters). Die Messungen wurden auf einer PSS SDV 1000Å GPC-Säule (600 x 8 mm, Polymer Standard Service, Mainz, D) bei einer Temperatur von 30°C und einer Flussrate von 0.9 ml/min mit Tetrahydrofuran (Romil Super Purity, Loughborough, GB) als Lösungsmittel durchgeführt.



---

## Beschreibung des Analyseverfahrens

Die hier beschriebene Methode zur Bestimmung des Teergehaltes mittels GPC ist eine Weiterentwicklung einer früher an der EMPA entwickelten Methode zur Bestimmung des Bitumengehaltes in Teerbitumen und Bitumenteer [4]. Im Gegensatz zu früher liegt das Interesse wegen der Giftigkeit heute mehr auf der Seite des Teers, den man auch in niedrigen Konzentrationen (im Bereich 1 - 20 G-%<sup>1</sup> Teer im Bindemittel) nachweisen möchte. Im Gegensatz zur damals verwendeten halbpräparativen Mitteldruck-GPC-Anlage, wurde eine moderne analytische Hochdruck-GPC-Anlage eingesetzt, was in einer höheren Trennleistung und einem grösseren Probendurchsatz zum Ausdruck kam. Eine weitere Verbesserung erbrachte die zusätzliche Verwendung eines Diodenarray-Detektors (DAD), der die Methodenentwicklung wesentlich erleichterte.

Das Prinzip der an der EMPA entwickelten Analyseverfahren besteht darin, dass sich Teer und Bitumen in der Verteilung der Molekülgrösse stark unterscheiden. Während im Teer vor allem relativ kleine Moleküle vorherrschen, sind die Moleküle bei Bitumen deutlich grösser. Mittels Gelpermeationschromatografie (GPC), einer Trennmethode, die auf dem Prinzip der Trennung nach Molekülgrösse basiert, ist es deshalb möglich Teer und Bitumen voneinander zu trennen. Die Auftrennung ist jedoch nicht vollständig, da Bitumen einen geringen Anteil kleiner Moleküle enthält und im Teer auch einige mittelgrosse Moleküle vorhanden sind. Dies ist im Chromatogramm eines Teer-Bitumengemisches (Abb. 1) deutlich zu sehen, das im Prinzip eine Überlagerung der Chromatogramme von reinem Bitumen und reinem Teer darstellt. Die Trennung ist jedoch ausreichend, um vor allem bei hohen und mittleren Konzentrationen eine einfache quantitative Bestimmung zu ermöglichen.

**Abbildung 1: Das GPC-Chromatogramm eines Bitumen-Teergemisches setzt sich additiv aus den Chromatogrammen von reinem Bitumen und reinem Teer zusammen.**

Bei der Methodenentwicklung sind verschiedene Faktoren, die eine Bestimmung des Teergehaltes beeinflussen können, zu berücksichtigen:

- Wahl des Detektors
- Einfluss der Teersorte
- Nachweisgrenze von Teer in Bitumen
- Einfluss der Gesamtbindemittelkonzentration
- Wahl der Quantifizierungsmethode
- Wahl des Standards für die Quantifizierung
- Einfluss der Bitumensorte

Diese Einflussgrössen wurden für die Validierung der Methode durch verschiedene Messungen untersucht und sollen im folgenden kurz diskutiert werden.

### Wahl des Detektors, Detektorparameter

Für die Teeranalyse standen der im Waters 150C integrierte RI-Detektor und ein externer Diodenarray-Detektor mit einem Wellenbereich von 200 - 600 nm zur Verfügung. Ein Diodenarray-Detektor ist ein dreidimensionaler UV-Detektor, der in der Lage ist gleichzeitig bei mehreren Wellenlängen zu messen. Es zeigte sich, dass für diese Methode der RI-Detektor nicht verwendet werden konnte, da im Bereich des Teerpeaks störende System- und Lösungsmittelpicks grosser Intensität auftraten, die bei der Aufzeichnung mit dem DAD ebenfalls vorhanden waren, aber bei Wellenlängen unterhalb 230 nm im Vergleich zum Probensignal vernachlässigbar klein waren. Da die Absorption von UV-Licht bei Teer und Bitumen von der Wellenlänge abhängt, ist die Überlappung des Teer- und Bitumenpeaks im Chromatogramm von Wellenlänge zu Wellenlänge unterschiedlich. Für die Methodenentwicklung erwies sich daher der Diodenarray-Detektor als sehr wertvolles Instrument, da gleichzeitig mit dem Chromatogramm die UV-Spektren erhalten werden konnten. Somit konnte die günstigste Wellenlänge für die Quantifizierung, die mit dem Absorptionsmaximum des Teerspektrums von 254 nm übereinstimmt, leicht ermittelt werden.

---

<sup>1</sup> G-% = Gewichtsprozente

---

## Einfluss Teersorte

### Abbildung 2: Proben unterschiedlicher Teersorten mit gleicher Konzentration: Gegenüberstellung von Peakhöhe und Peakfläche

Der Einfluss der Teersorte auf die Quantifizierung wurde an drei Sorten untersucht. In der Abbildung 2 wird ersichtlich, dass die Peakhöhe weit stärker von der Teersorte abhängt als die Peakfläche. Die Quantifizierung über die Höhe ist deshalb in diesem Fall weniger günstig und wurde deshalb in dieser Arbeit nicht weiter untersucht. Die Teersorte hv54 liegt bezüglich der Fläche ziemlich genau zwischen den beiden anderen Teerarten, weshalb der Teer hv54 für die weiteren Messungen als Referenzteersorte gewählt wurde.

## Nachweisgrenze von Teer in Bitumen

Wie in Abbildung 3 zu sehen ist, verschmilzt der Teerpeak mit kleiner werdendem Teergehalt langsam mit dem auslaufenden Ende des Bitumenpeaks. Als Nachweisgrenze wird diejenige Konzentration bezeichnet, bei welcher der Teerpeak noch eindeutig identifiziert werden kann. Sie dürfte im vorliegenden Fall bei einem Teeranteil zwischen 0.5 und 1 G-% liegen. Ist die zugehörige Bitumensorte als Referenz vorhanden, kann das Chromatogramm des Bitumens vom Chromatogramm der Teer-Bitumenmischung subtrahiert werden, wodurch der reine Teerpeak zum Vorschein kommt. Dadurch kann die Nachweisgrenze sogar unter 0.2 G-% gesenkt werden.

### Abbildung 3: Einfluss unterschiedlicher Teeranteile auf die Grösse des Teerpeaks

## Einfluss der Gesamtbindemittelkonzentration

Es ist von Vorteil, wenn die Gesamtkonzentration an Bindemittel möglichst keinen Einfluss auf die Bestimmung des Teergehaltes hat. Messungen bei unterschiedlicher Gesamtkonzentration an einer Teer-Bitumenprobe (5 G-% Teer) zeigten, dass die Abweichungen bei Konzentration zwischen 0.5 - 10 mg/ml weniger als 1% betragen. Höhere Konzentrationen als 10 mg/ml sind nicht möglich, da dort die UV-Absorption zu hoch wird und unterhalb 0.5 mg/ml wird das Chromatogramm zunehmend durch kleine, aber doch vorhandenen Systempeaks verfälscht. Diese Bandbreite der Bindemittelkonzentration reicht jedoch aus, damit aus Mischgut und Bohrkernen Lösungen direkt hergestellt werden können, ohne dass die Bindemittelkonzentration genau bestimmt werden muss.

## Wahl der Quantifizierungsmethode

Es bestehen verschiedene Möglichkeiten GPC-Chromatogramme quantitativ auszuwerten. Als erstes stellt sich die Frage, ob mit einer speziellen GPC-Software ausgewertet werden soll, die bei der Quantifizierung die unterschiedlichen Molekulargewichte berücksichtigt. Dies macht jedoch nur bei einheitlichen Substanzen einen Sinn. Im allgemeinen sind dies Polymere gleicher Zusammensetzung, aber unterschiedlicher Kettenlänge. Bitumen und Teer fallen sicherlich nicht in diese Kategorie, da die darin enthaltenen Substanzen sehr uneinheitlich sind. Ausserdem ist die Intensität des UV-Signales nicht linear von der Molekülgrösse abhängig, da Teer und Bitumen Substanzen enthalten, die stark unterschiedliche UV-Absorptionen besitzen. Aus diesen Gründen wurde auf die Benützung einer spezifischen GPC-Software verzichtet und für die Quantifizierung die einfache Integration der Peakfläche angewendet.

Die Integration der Fläche nicht vollständig getrennter Peaks ist auf mehrere Arten möglich und ergibt unterschiedliche Resultate wie in Abbildung 4 leicht zu erkennen ist. Die Lotmethode ergibt die besten Resultate, wenn beide Peaks etwa gleich gross sind, während die Tangentenmethode vor allem bei stark unterschiedlichen Peakgrössen vorzuziehen ist. Problematisch ist der Übergangsbereich, wo keine der beiden Methoden exakte Resultate liefert. Für den Teerpeak müsste deshalb bei kleinen Konzentrationen eher die Tangentenmethode und bei höheren Konzentrationen die Lotmethode verwendet werden. Für die folgenden Messungen wurden deshalb beide Methoden parallel evaluiert.

### Abbildung 4: Quantifizierung des Teerpeaks mit unterschiedlichen Integrationsmethoden: Links mit der Lotmethode, rechts mit der Tangentenmethode

## Wahl des Standards für die Quantifizierung

Die Verwendung eines internen Standards bietet den Vorteil, dass keine aufwendigen Eichkurven mit externen Standards ermittelt werden müssen. Als interner Standard wurde die Gesamtfläche von Bitumen- und Teerpeak gewählt. Aus Abbildung 5 wird ersichtlich, dass keine lineare Abhängigkeit zwischen integrierter Fläche und dem Teergehalt vorliegt, dass aber die Verwendung einer quadratischen Näherungsfunktion eine gute Korrelation ergibt. Der Grund für diese Nichtlinearität liegt einerseits in der unterschiedlichen UV-Absorption von Teer und Bitumen und andererseits in der zuvor erwähnten Problematik der Integration der Peakflächen.

### Abbildung 5: Eichkurven für eine Teer-Bitumenmischung als Funktion des Teergehaltes

Es wurden sowohl für die Integration mit der Lotmethode und als auch mit der Tangentenmethode die Koeffizienten der quadratischen Näherungskurve  $y = ax^2 + bx + c$  berechnet ( $y$  = Teergehalt in G-%,  $x$  = integrierte Fläche bei 254 nm).

|   | Lotmethode | Tangentenmethode |
|---|------------|------------------|
| a | 0.001698   | 0.009776         |
| b | 0.3876     | 0.5448           |
| c | -1.134     | 0.4397           |

Tabelle 1: Koeffizienten für die quadratische Näherungskurve  $y = ax^2 + bx + c$

## Einfluss der Bitumensorte

Um den Einfluss der Bitumensorte auf die Bestimmung des Teergehaltes zu ermitteln, wurden 6 Bitumensorten untersucht, die sich einerseits in der Herkunft und andererseits in der Härte unterschieden. Die verschiedenartige Herkunft oder Härte des Bitumens war in den Chromatogrammen teilweise gut erkennbar, wirkten sich aber nicht stark auf die Quantifizierung aus. Die Bestimmung des Teergehaltes wurde mit der Formel und den Koeffizienten aus Tabelle 1 durchgeführt. Bei einem effektiven Teergehalt von 5 G-% lag der berechnete Wert für die Lotmethode zwischen 4.6 und 5.5 G-% Teer und für die Tangentenmethode zwischen 4.4 und 6.2 G-% Teer. Bei einem fünf mal niedrigerem Teergehalt von 1 G-% wurden Werte von 0.5 - 1.0 G-% Teer (Lotmethode) und 0.9 - 1.1% G-% Teer (Tangentenmethode) berechnet. Es zeigte sich, dass die Tangentenmethode bei einem niedrigen Teergehalt zu den besseren Resultaten führte, während andererseits die Lotmethode bei höherem Teergehalt besser abschnitt.

## Variation verschiedener Parameter

Die an der EMPA entwickelte Methode wurde zum Schluss an einer Serie Proben mit möglichst unterschiedlicher Zusammensetzung, wie sie in alten Strassenbelägen zu erwarten sind, getestet. Aus 7 Bitumensorten und 3 Teersorten wurden Proben mit einem Teergehalt zwischen 1 und 15 G-% und einer Gesamtkonzentration zwischen 1 und 5 mg/ml hergestellt und analysiert (Tabelle 2).

| Bitumensorte     | Teersorte | Gesamtkonzentration | effektiver Teergehalt | berechneter Teergehalt (Lotmethode) | relativer Fehler | berechneter Teergehalt (Tangentenm.) | relativer Fehler |
|------------------|-----------|---------------------|-----------------------|-------------------------------------|------------------|--------------------------------------|------------------|
| Cressier 180/220 | HV54      | 1.8 mg/ml           | 3.2 G-%               | 3.0 G-%                             | -6%              | 3.0 G-%                              | -6%              |
| Cressier 80/100  | HV54      | 2.5 mg/ml           | 3.3 G-%               | 3.1 G-%                             | -6%              | 3.1 G-%                              | -6%              |
| Cressier 40/50   | HV54      | 2.1 mg/ml           | 11.0 G-%              | 10.3 G-%                            | -6%              | 12.7 G-%                             | 15%              |
| Venezuela 80/100 | HV54      | 1.6 mg/ml           | 14.4 G-%              | 13.9 G-%                            | -3%              | 14.4 G-%                             | 0%               |
| Kirkouk          | HV54      | 3.5 mg/ml           | 6.4 G-%               | 6.8 G-%                             | 6%               | 6.3 G-%                              | -2%              |
| Mittelost 80/100 | T70       | 2.7 mg/ml           | 7.7 G-%               | 7.5 G-%                             | -3%              | 8.5 G-%                              | 10%              |
| Cressier 180/220 | T70       | 2.0 mg/ml           | 9.8 G-%               | 9.9 G-%                             | 1%               | 10.4 G-%                             | 6%               |
| Kuwait 80/100    | T70       | 5.1 mg/ml           | 1.1 G-%               | 1.3 G-%                             | 18%              | 1.3 G-%                              | 18%              |
| Cressier 40/50   | T70       | 2.5 mg/ml           | 2.3 G-%               | 2.0 G-%                             | -13%             | 2.7 G-%                              | 17%              |
| Kirkouk          | HV47      | 1.7 mg/ml           | 7.3 G-%               | 7.5 G-%                             | 3%               | 7.3 G-%                              | 0%               |
| Venezuela 80/100 | HV47      | 2.7 mg/ml           | 8.2 G-%               | 8.9 G-%                             | 9%               | 8.0 G-%                              | -2%              |
| Kuwait 80/100    | HV47      | 2.8 mg/ml           | 8.3 G-%               | 9.1 G-%                             | 10%              | 8.7 G-%                              | 5%               |
| Cressier 80/100  | HV47      | 1.9 mg/ml           | 6.4 G-%               | 6.4 G-%                             | 0%               | 6.4 G-%                              | 0%               |
| Mittelost 80/100 | HV47      | 4.5 mg/ml           | 2.3 G-%               | 1.8 G-%                             | -22%             | 2.3 G-%                              | 0%               |

Tabelle 2: Anwendung der EMPA-Methode zur Bestimmung des Teergehaltes an unterschiedlichen Proben

---

Die Resultate der Testserie zeigten, dass sowohl mit der Lot- als auch mit der Tangentenmethode zur Integration der Peakfläche gute Ergebnisse erhalten wurden. Die relativen Fehler bei einem Teergehalt von über 5 G-% lagen mit einer Ausnahme bei der Tangentenmethode alle unter 10%. Auch bei einem tieferen Teergehalt steigt der relative Fehler kaum über 20%, was für diese einfache Methode bemerkenswert ist.

## Schlussfolgerungen

Die an der EMPA entwickelte Methode zur Bestimmung des Teergehaltes mittels GPC ist einfach und schnell, aber trotzdem sehr leistungsfähig bei hoher Genauigkeit. Gerade für die direkte Bestimmung des Teergehaltes in alten Strassenbelägen ist sie gut geeignet, denn hier erweist sich die minimale Probenvorbereitung als enormer Vorteil. Abgesehen vom Lösen einer kleinen Menge Asphaltgranulat in einem Lösungsmittel und der nachfolgenden Filtration ist keine weitere Aufbereitung notwendig. Die Bestimmung des Teergehaltes aus den resultierenden GPC-Chromatogrammen ist einfach, da die Gesamtpeakfläche als interner Standard verwendet werden kann. Die Zuverlässigkeit der Methode, die in dieser Arbeit für reine Bindemittel demonstriert werden konnte, muss für Asphaltgranulat noch mit einer anderen Methode überprüft werden, da dort der tatsächliche Teergehalt nicht bekannt ist. In einer Fortsetzung dieser Arbeit soll deshalb der mit der EMPA-Methode ermittelte Teergehalt z. B. mit dem Benzo[a]pyrengehalt korreliert werden, was hinsichtlich der Toxizität dieser Substanz Sinn macht. Die EMPA-Methode hat aber gute Chancen für die routinemässige Bestimmung des Teergehaltes in Recyclingmaterial von Strassenbelägen verwendet zu werden, da sie den meisten heutigen Methoden für die Teerbestimmung in ihrer Schnelligkeit und Einfachheit bei gleichzeitig guter Empfindlichkeit und Genauigkeit überlegen ist.

## Literaturverzeichnis

- [1] W. Schütz, Ch. Gödecke, S. Tekath, H.-D. Grothusen, *Nachweis und Bewertung von polycyclischen aromatischen Kohlewasserstoffen (PAK) in teerhaltigen Strassenbefestigungen durch standardisierte HPLC*, Bitumen 1993, 4, S. 163.
- [2] I. Rahimian, *Zum Nachweis von Teeranteilen in Bindemitteln und Ausbaustoffen des Strassenbaus*, Die Asphaltstrasse 1990, 2, S. 24.
- [3] K.-H. Koch, *Nachweis und mengenmässige Bestimmung von Teeranteilen in Strassenbefestigungen*, Bitumen 1992, 3, S. 114.
- [4] S. Hean, W. Stünzi, *Bestimmen des Bitumenanteils von Bitumen-Teer-Mischungen*, Forschungsarbeit FA 9/82, Nr. 182, Eidgenössisches Verkehrs- und Energiewirtschaftsdepartement Bundesamt für Strassenbau, 1989.

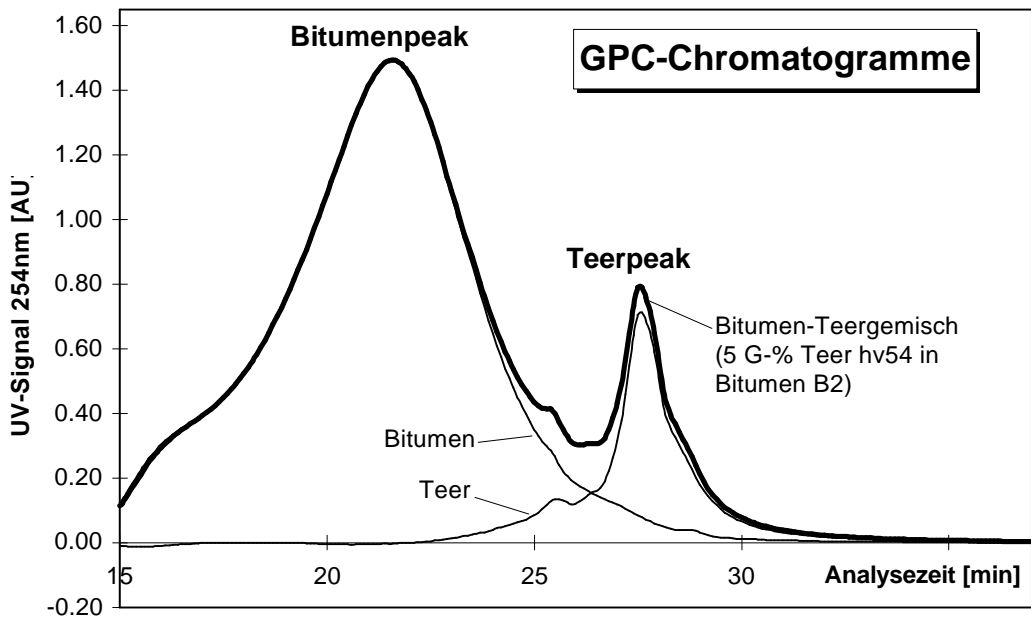


Abbildung 1: Das GPC-Chromatogramm eines Bitumen-Teergemisches setzt sich additiv aus den Chromatogrammen von reinem Bitumen und reinem Teer zusammen.

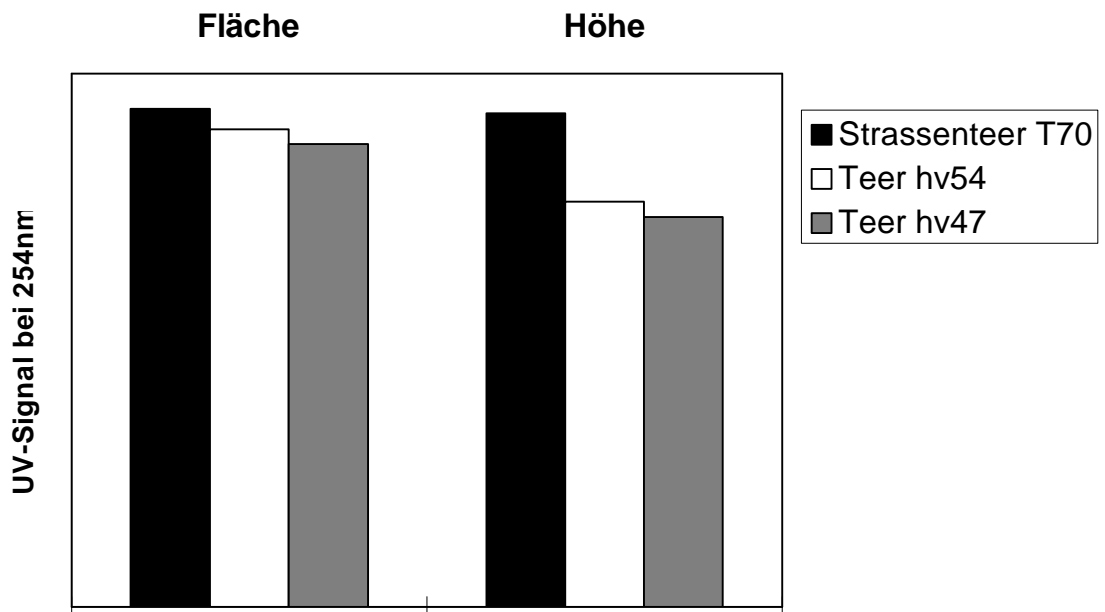


Abbildung 2: Proben unterschiedlicher Teersorten mit gleicher Konzentration: Gegenüberstellung von Peakhöhe und Peakfläche

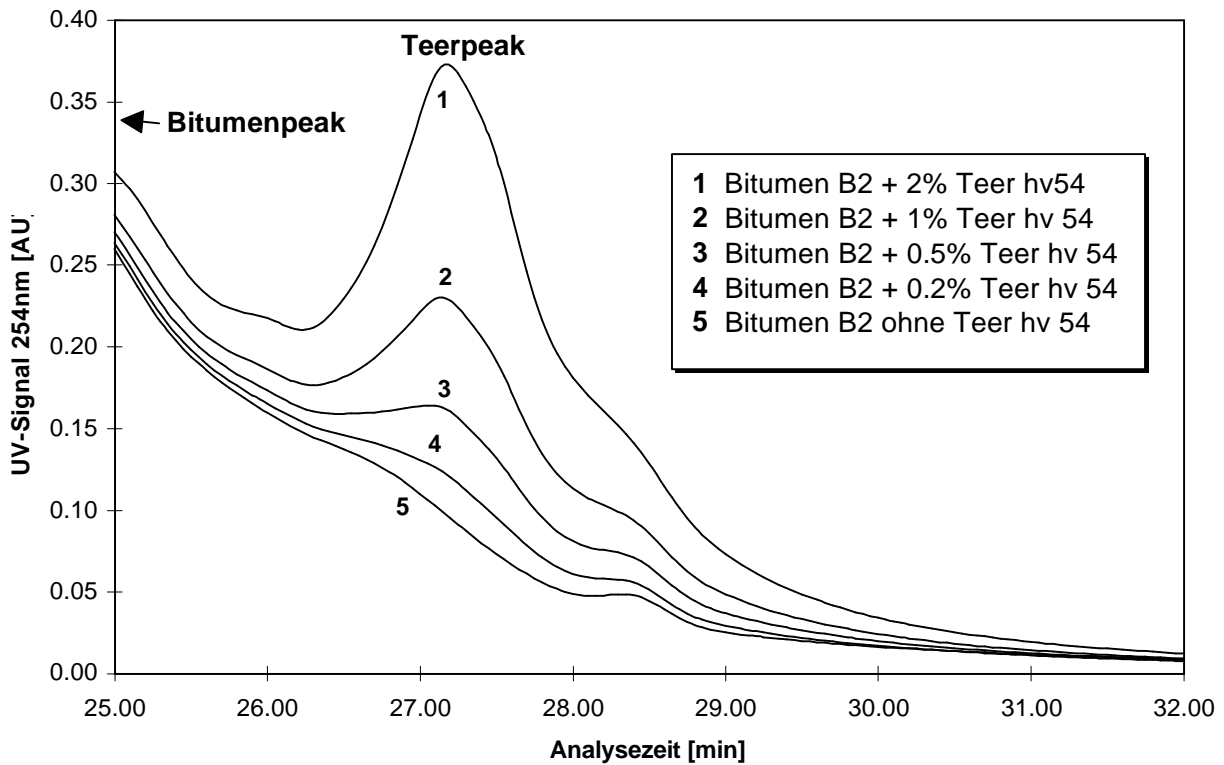


Abbildung 3: Einfluss unterschiedlicher Teeranteile auf die Grösse des Teerpeaks

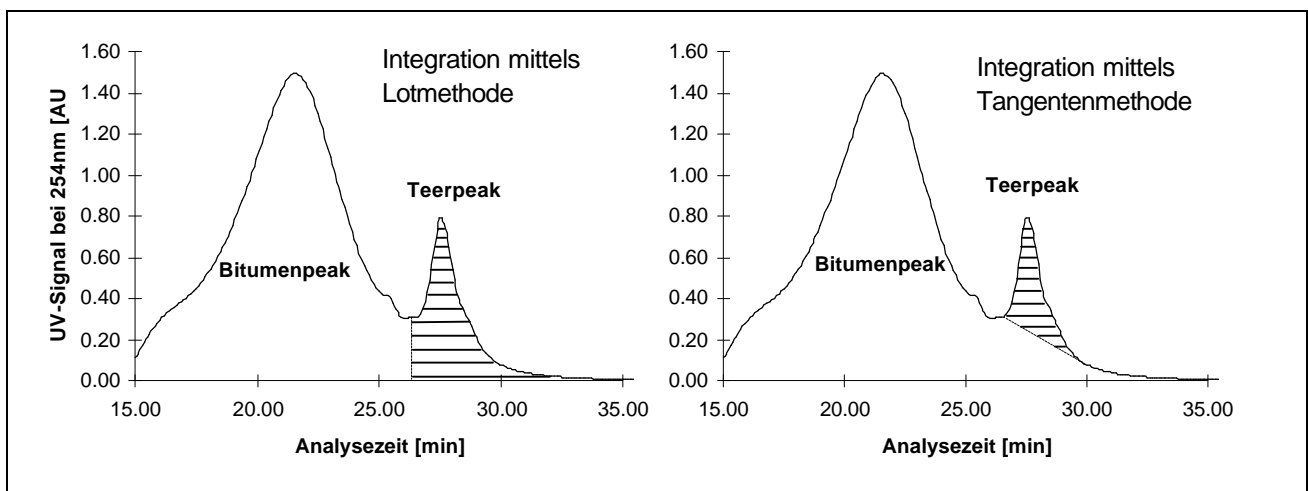


Abbildung 4: Quantifizierung des Teerpeaks mit unterschiedlichen Integrationsmethoden: Links mit der Lotmethode, rechts mit der Tangentenmethode

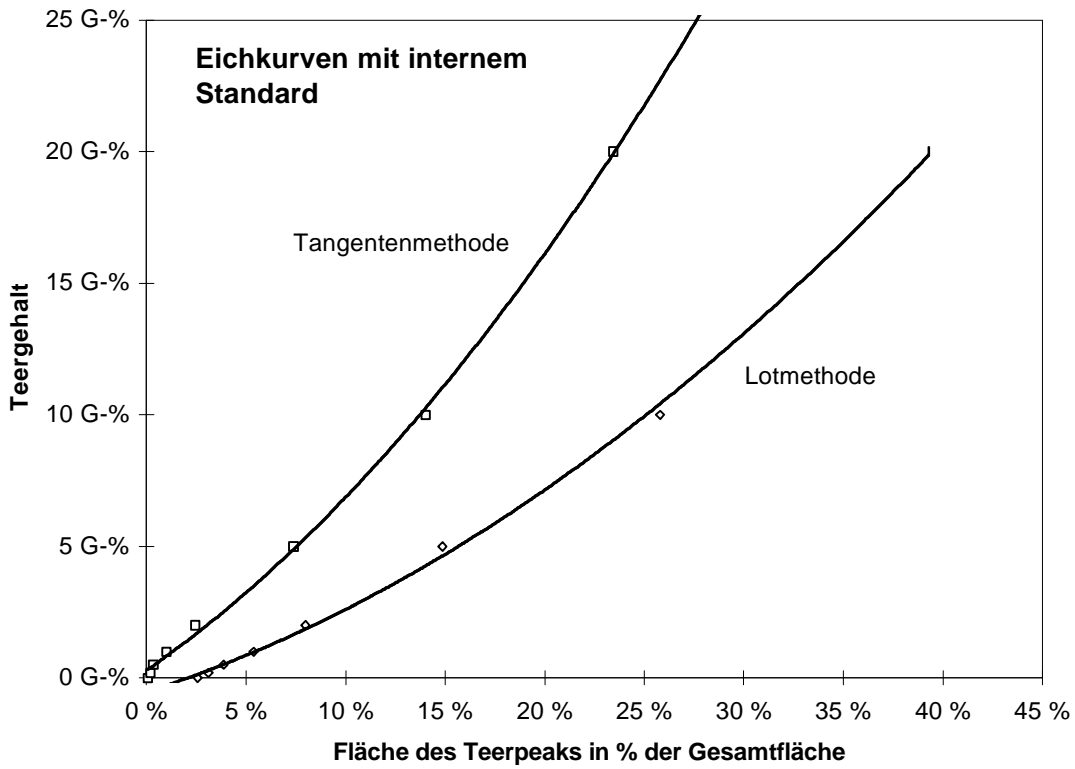


Abbildung 5: Eichkurven für eine Teer-Bitumenmischung als Funktion des Teergehaltes