

DI:771239

Ministerie van Verkeer en Waterstaat  
Directoraat-Generaal Rijkswaterstaat



Dienst Weg- en Waterbouwkunde


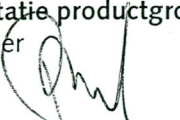



Onderzoek naar polymeerrest  
op teruggewonnen vulstof

IL-R-03.063

Afdeling Infrastructuur  
Laboratorium Materialen

November 2003

<b>1. Rapportnummer</b> IL-R-03.063		<b>2. Serienummer</b>		<b>3. Ontvanger catalogusnummer</b>	
<b>4. Titel en subtitel</b> Onderzoek naar polymeerrest op vulstof			<b>5. Datum rapport</b> 26 november 2003		
			<b>6. Code uitvoerende organisatie</b> IL03005KWA		
<b>7. Schrijver(s)</b> ing. D. van Vliet			<b>8. Nummer rapport uitvoerende organisatie</b>		
<b>9. Naam en adres opdrachtnemer</b> Rijkswaterstaat Dienst Weg- en Waterbouwkunde Laboratorium Materialen Postbus 5044 2600 GA Delft			<b>10. Projectnaam</b> IPG 2.1.2 LABOZ/IR		
			<b>11. Contractnummer</b>		
<b>12. Naam en adres opdrachtgever</b> Rijkswaterstaat Dienst Weg- en Waterbouwkunde ir. J.M.M. Molenaar Postbus 5044 2600 GA Delft			<b>13. Type rapport</b> Onderzoeksrapport		
			<b>14. Code andere opdrachtgever</b>		
<b>15. Opmerkingen</b> Verspreiding 0 Ministerie V en W ja – nee 0 Derden ja – nee					
<b>16. Referaat</b> Een polymeer gemodificeerd asfaltmengsel is met verschillende oplosmiddelen geëxtraheerd. Om de efficiency van het oplosmiddel te bepalen, wordt van het geschoonde mineraal aggregaat de vulstof onderzocht op polymeerrest. In dit onderzoek worden vier vulstofmonsters onderzocht op de aanwezigheid van polymeerresten m.b.v. Gel Permeatie Chromatografie (GPC). Uit het onderzoek is naar voren gekomen dat de vulstofmonsters geen polymeerresten bevatten.					
<b>17. Trefwoorden:</b> vulstof, GPC			<b>18. Distributie systeem</b> Verkrijgbaar bij de Dienst Weg- en Waterbouwkunde T.a.v. Mw. L. Nardelli-Jercic Tel.: 015 – 2518 240		
<b>19. Classificatie</b>	<b>20 Classificatie deze pagina</b>		<b>21. Aantal blz.</b>		<b>22. Prijs</b> €
<b>23. Acceptatie projectleider</b> ing. D. van Vliet 	<b>24. Acceptatie productgroepleider</b> P.M. Kuijper 		<b>25. Acceptatie afdelingshoofd</b> ir. J.R.K. Smit 		

## INHOUDSOPGAVE

1.	Inleiding.....	4
2.	Materialen en monsters.....	4
3.	Uitvoering.....	4
4.	Resultaten.....	5
5.	Bespreking van de resultaten.....	5
6.	Conclusie.....	5
7.	Literatuur.....	5

## BIJLAGEN

Bijlage 1: Lijst met STERLAB-geaccrediteerde verrichtingen van de Dienst Weg- en Waterbouwkunde, Laboratorium Materialen, Delft (versie 5 van 9-12-2001)

Bijlage 2: Chromatogrammen GPC

## 1. Inleiding

Uit onderzoek [1] is gebleken dat polymeer gemodificeerd bitumen (PMB) niet volgens de standaardmethode van de standaard RAW bepalingen terugwinbaar is. Uit hetzelfde onderzoek is gebleken dat EVA-gemodificeerd bitumen en SBS-gemodificeerd bitumen met methyleenchloride kwantitatief terugwinbaar is als 70 uur (5 dagen) geëxtraheerd wordt. De wens is deze extractietijd terug te brengen naar de normale extractietijd, te weten 16 uur. Dat is goed voor de efficiency van de bepaling en resulteert in Een verminderde milieubelasting. De vraag is of dit mogelijk is door een ander oplosmiddel te kiezen.

Een polymeer (EVA) gemodificeerd asfaltmengsel is met verschillende oplosmiddelen geëxtraheerd. Om de efficiency van het oplosmiddel te bepalen, wordt van het geschoonde mineraal aggregaat de vulstof onderzocht op polymeerrest. In dit onderzoek worden vier vulstofmonsters onderzocht op de aanwezigheid van polymeerresten m.b.v. Gel Permeatie Chromatografie (GPC).

## 2. Materialen en monsters

Voor het onderzoek is gebruik gemaakt van vier vulstof monsters. Tevens is een puur EVA polymeer in het onderzoek meegenomen als referentie.

Tabel 2.1 – Monstercodering

Monster	IL-monsternummer
Vulstof (blanco)	IL03050.IPG001
Vulstof (geëxtraheerd met methyleenchloride)	IL03050.IPG002
Vulstof (geëxtraheerd met 85 % methyleenchloride en 15 % ethanol)	IL03050.IPG003
Vulstof (geëxtraheerd met 1,1,2,2 – C <sub>2</sub> H <sub>2</sub> Cl <sub>4</sub> )	IL03050.IPG004
EVA	IL01058.EFF001

## 3. Uitvoering

De door de Raad van Accreditatie, geaccrediteerde verrichtingen staan vermeld in bijlage 1.

De te onderzoeken vulstofmonsters bestaan uit een blanco vulstof, een vulstof geëxtraheerd met methyleenchloride, een vulstof geëxtraheerd met 85 % methyleenchloride en 15 % ethanol en een vulstof geëxtraheerd met 1,1,2,2 – C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>Cl<sub>4</sub> (tetrachloorethaan). Van ieder vulstofmonster wordt 250 mg afgewogen. Aan deze hoeveelheid wordt 50 ml tolueen toegevoegd. De mengsels worden onder roeren gedurende twee uur verwarmd. Hierna wordt het mengsel afgefiltreerd en wordt het filtraat onderzocht, m.b.v. GPC, op mogelijk opgeloste organische componenten afkomstig van de vulstof. Tevens wordt er een puur EVA polymeer meegenomen als referentie (25 mg opgelost in 50 ml tolueen).



## 4. Resultaten

De reproduceerbaarheid van de gerapporteerde verrichtingen voldoet aan de gestelde waarde in de desbetreffende norm of in het proefvoorschrift. Gegevens over de meetonzekerheid zijn bij de DWW opvraagbaar, maar worden niet apart vermeld in dit rapport.

De verkregen chromatogrammen zijn weergegeven in bijlage 2.

## 5. Bespreking van de resultaten

Als referentie is een puur EVA polymeer geanalyseerd. Het chromatogram van het pure EVA polymeer opgelost in warme tolueen laat wel een piek zien. Deze piek kan dus worden gerelateerd aan het opgeloste EVA polymeer. De chromatogrammen van de vulstofmonsters laten geen pieken zien, ook niet op de overeenkomstige plek van het pure EVA polymeer. Dit duidt op de afwezigheid van organisch materiaal, eventueel afkomstig van achtergebleven resten EVA polymeer, op de vulstof.

## 6. Conclusie

Er is geen EVA polymeerrest op de onderzochte vulstof monsters gedetecteerd m.b.v. GPC. Met behulp van GPC kan geen EVA polymeerrest op vulstof, 70 uur geëxtraheerd met methyleenchloride, worden aangetoond. Het lijkt daarom waarschijnlijk dat met methyleenchloride alle EVA polymeer wordt teruggewonnen.

## 7. Literatuur

1. Sanches F., Terugwinning bitumen, tweelaags ZOAB, A10-west, Ministerie van Verkeer en Waterstaat, Dienst Weg- en Waterbouwkunde, september 2002

**Bijlage 1. Lijst met STERLAB-geaccrediteerde verrichtingen van de Dienst Weg- en Waterbouwkunde, Laboratorium Materialen, Delft (versie 5 van 9-12-2001)**

Nr.	Materiaal of produkt	Verrichting (verkorte omschrijving)	Intern referentienummer
1	Bitumen	Verwekingspunt Ring & Kogel	WV004 conform RAW proef 47 (NEN-EN 1427)
2	Bitumen	Bepaling van de penetratie	WV005 conform RAW proef 32 (NEN-EN 1426)
3	Funderingsmat.	Proctordichtheid van steenmengsels (Eenpuntsproctor)	WV006 conform RAW proef 5.2
4	Funderingsmat.	Verband tussen vochtgehalte en dichtheid (Proctorproef)	WV008 conform RAW proef 5.1
5	Bitumen	Moleculaire gewichtsverdeling van bitumen (Gelpermeatiechromatografie)	WV017 eigen methode
6	Asfalt	Terugwinning bitumen uit asfalt	WV019 conform RAW proef 110 (NEN 3971)
7	Wegmarkering	Stroefheidsmeting (Slingermethode)	WV020 conform RAW proef 76
8	Asfalt	Statische splijtproef (Schenckpers)	WV021 conform NEN-EN 12697-23
9	Asfalt	Gehalte aan bitumen (Soxhlet)	WV022 conform RAW proef 65.1
10	Asfalt	Dichtheid asfaltmengsel (pyknometer)	WV024 conform RAW proef 68
11	Wegmarkering	Luminantiefactor, kleur en dagzichtbaarheid (MiniScan + QD30 Reflectometer)	WV030 conform RAW proef 95+95A (NEN-EN 1436)
12	Cementbeton	Kubus druksterkte van beton (Amslerpers)	WV032 conform RAW-proef 27 (NEN 5968)
13	Funderingsmat.	Dichtheid (Steekringmethode)	WV033 conform RAW proef 4.4
14	Funderingsmat.	Dichtheid (Grindmethode)	WV034 conform RAW proef 4.5
15	Steenslag	Dichtheid mineraal aggregaat (pyknometer)	WV035 conform RAW proef 60.0
16	Asfalt	Dichtheid asfaltproefstuk (incl. ingesloten lucht)	WV036 conform RAW proef 67
17	Asfalt	Gehalte aan poriën van asfalt	WV037 conform RAW proef 69
18	Zand/Klei	Korrelverdeling < 2 µm (areometer)	WV038 conform RAW proef 1
19	Zand	Gehalte minerale delen kleiner dan 20 µm (microzeef)	WV040 conform RAW proef 9.1
20	Zand	Korrelverdeling zand (zeven)	WV049 conform RAW proef 6
21	Bitumen	Weerstand tegen verharding onder invloed van lucht (RTFOT)	WV062 conform NEN-EN 12607-1
22	Steenslag	Korrelverdeling steenslag	WV082 conform RAW proef 6
23	Asfalt	Verdichtingsgraad van asfalt	WV083 conform RAW proef 66.0
24	Wegmarkering	Nachtzichtbaarheid/retrorreflectie (LTL2000 Retrometer)	WV088 conform NEN-EN 1436

Bijlage 2: GPC chromatogrammen

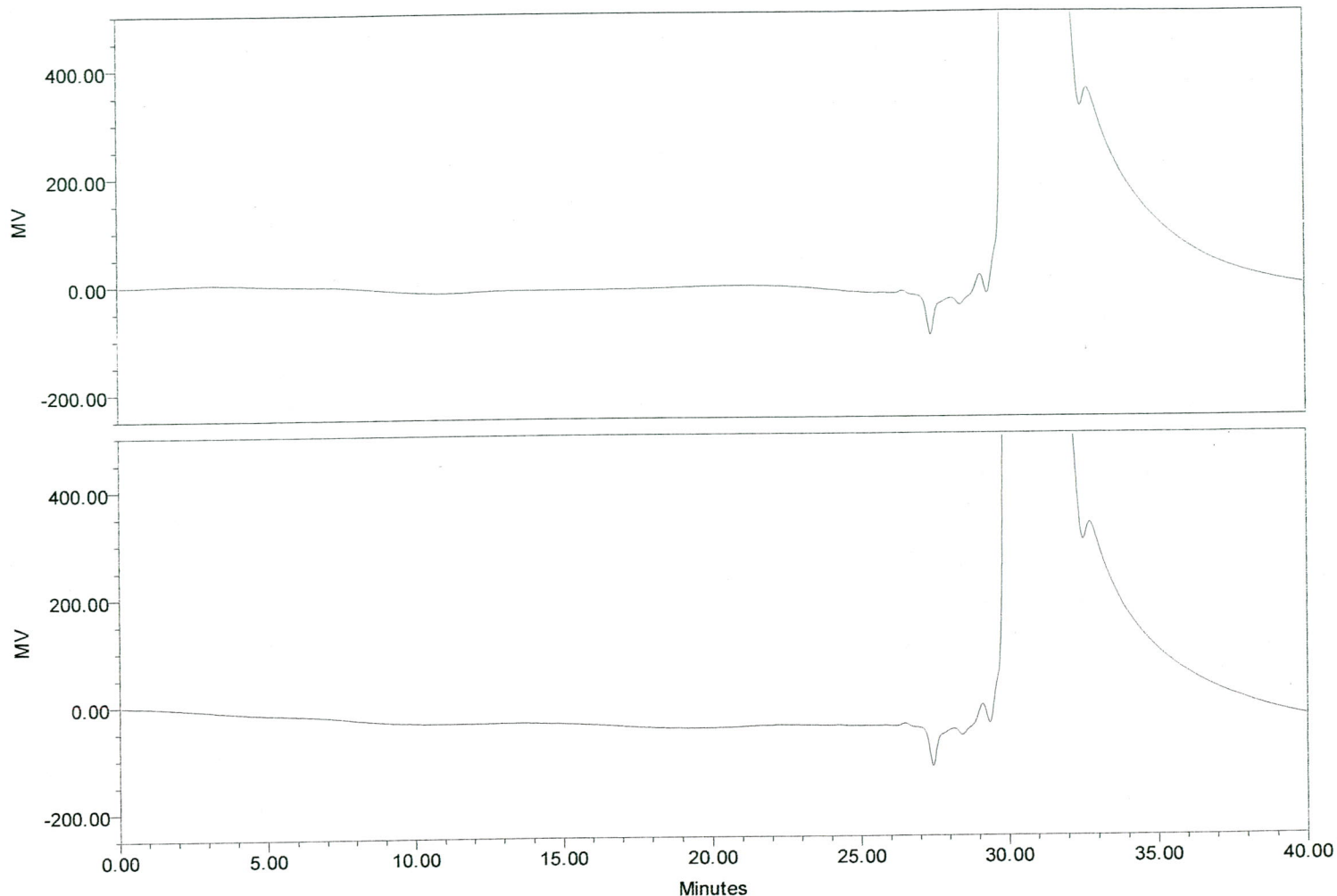


Project Name IPG  
 User Name Dave van Vliet (Vliet)  
 Software Empower Software



Report Method Name GPC\_duplo  
 Current Date 6/6/2003

### Stacked Chromatograms



— SampleName il03050.IPG001; Vial 2; Injection 1; Channel 410; Date Acquired 6/4/2003 3:04:49 PM  
 — SampleName il03050.IPG001; Vial 2; Injection 2; Channel 410; Date Acquired 6/4/2003 3:46:28 PM

**Component Summary Table**

	SampleName	Inj	Injection Volume (ul)	Run Time (Minutes)	Channel	RT	Area	Height	Mn	Mw	Mz	Vial
1	il03050.IPG001	1	100.00	40.00	410	****	****	****	****	****	****	2
2	il03050.IPG001	2	100.00	40.00	410	****	****	****	****	****	****	2
Mean												
Std. Dev.												
% RSD												

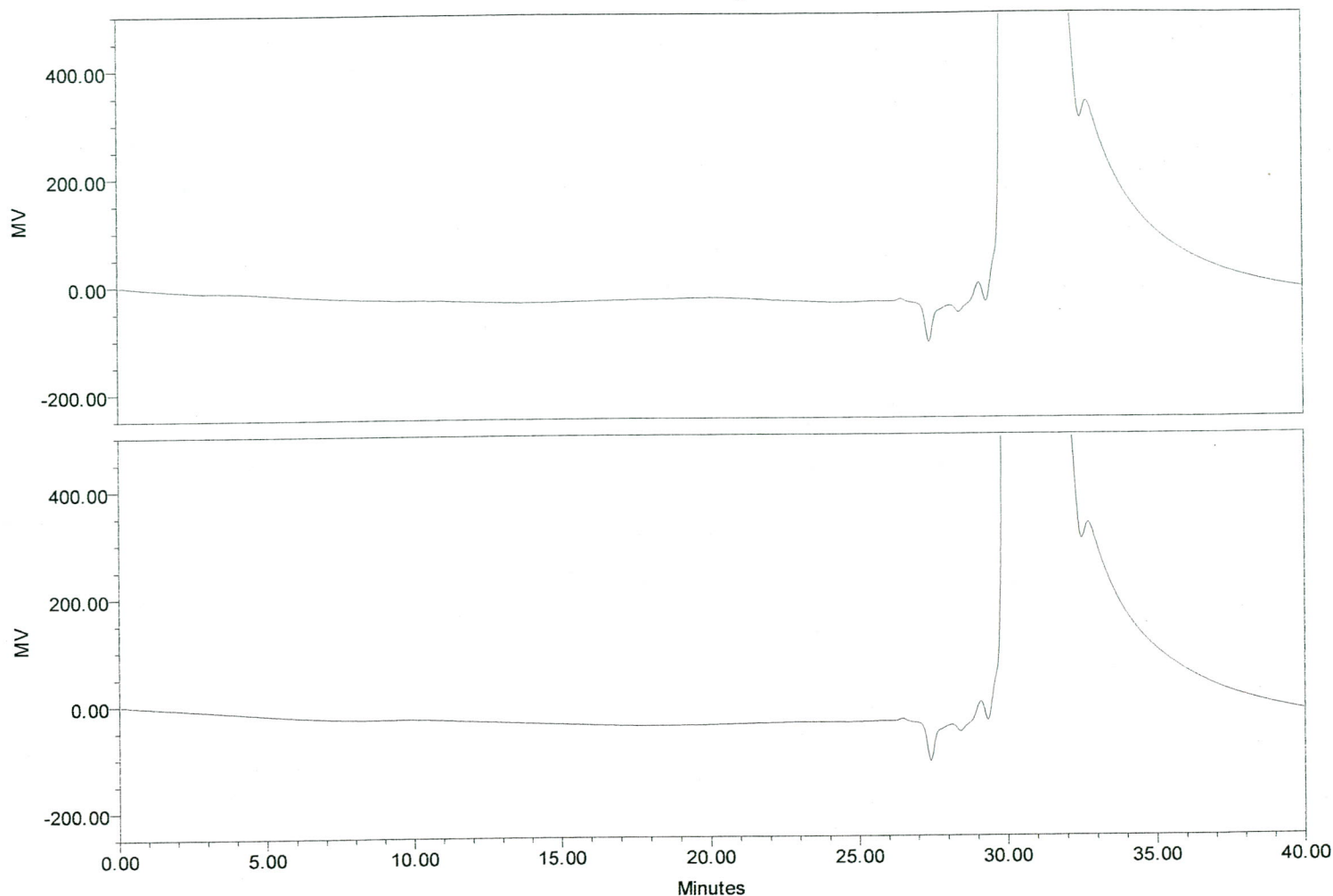
Proef uitgevoerd volgens werkvoorschrift 017  
 Opmerkingen:  
 Blanco vulstof

Project Name IPG  
 User Name Dave van Vliet (Vliet)  
 Software Empower Software



Report Method Name GPC vulstof  
 Current Date 6/6/2003

### Stacked Chromatograms



— SampleName iI03050.IPG002; Vial 3; Injection 1; Channel 410 ; Date Acquired 6/4/2003 4:28:16 PM  
 — SampleName iI03050.IPG002; Vial 3; Injection 2; Channel 410 ; Date Acquired 6/4/2003 5:09:55 PM

**Component Summary Table**

	SampleName	Inj	Injection Volume (ul)	Run Time (Minutes)	Channel	RT	Area	Height	Mn	Mw	Mz	Vial
1	iI03050.IPG002	1	100.00	40.00	410	****	****	****	****	****	****	3
2	iI03050.IPG002	2	100.00	40.00	410	****	****	****	****	****	****	3
Mean												
Std. Dev.												
% RSD												

Proef uitgevoerd volgens werkvoorschrift 017  
 Opmerkingen:  
 Vulstof geëxtraheerd met Methyleenchloride

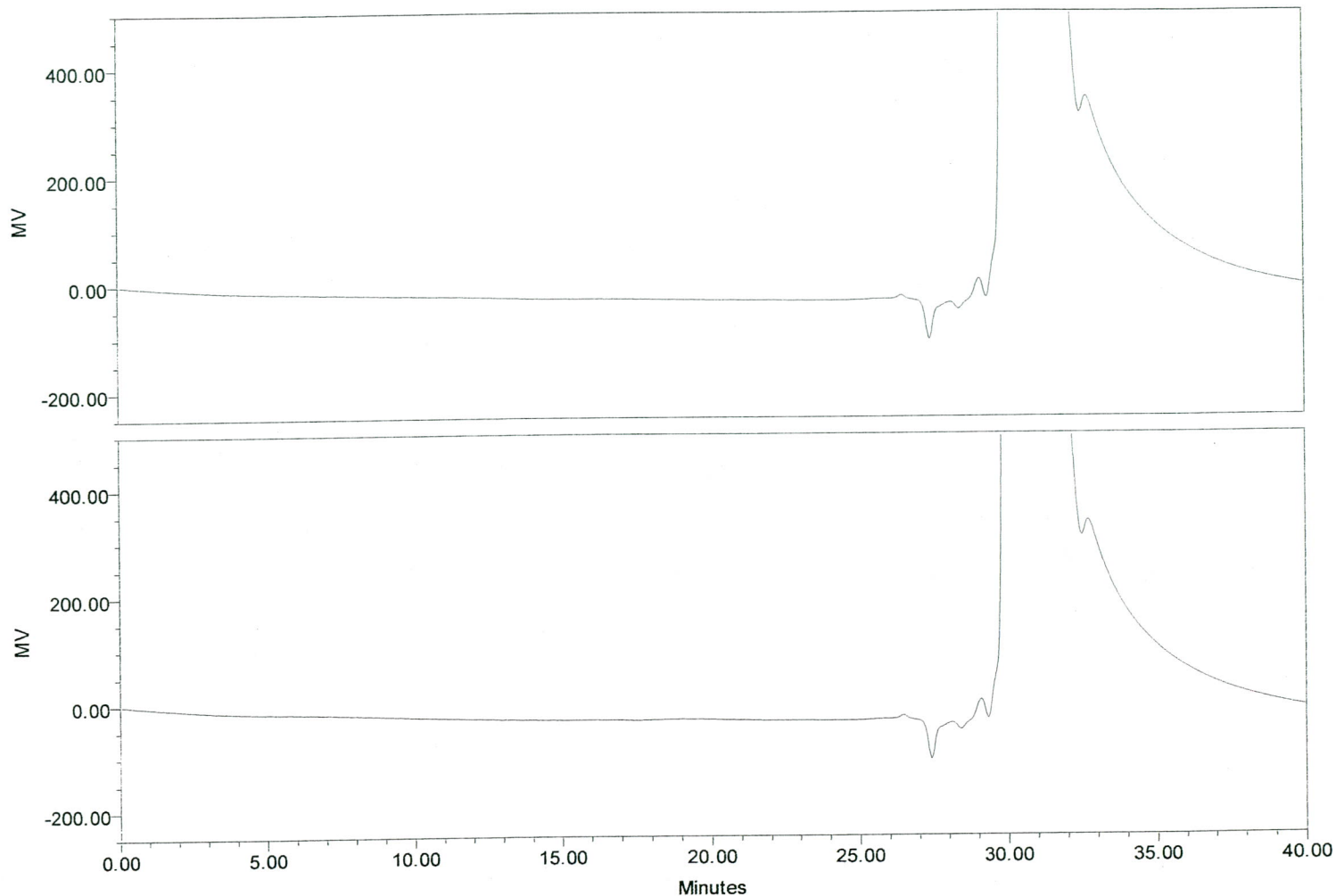


Project Name IPG  
 User Name Dave van Vliet (Vliet)  
 Software Empower Software



Report Method Name GPC vulstof  
 Current Date 6/6/2003

### Stacked Chromatograms



— SampleName il03050.IPG003; Vial 4; Injection 1; Channel 410 ; Date Acquired 6/4/2003 5:51:40 PM  
 — SampleName il03050.IPG003; Vial 4; Injection 2; Channel 410 ; Date Acquired 6/4/2003 6:33:17 PM

**Component Summary Table**

	SampleName	Inj	Injection Volume (ul)	Run Time (Minutes)	Channel	RT	Area	Height	Mn	Mw	Mz	Vial
1	il03050.IPG003	1	100.00	40.00	410	****	****	****	****	****	****	4
2	il03050.IPG003	2	100.00	40.00	410	****	****	****	****	****	****	4
Mean												
Std. Dev.												
% RSD												

Proef uitgevoerd volgens werkvoorschrift 017

Opmerkingen:

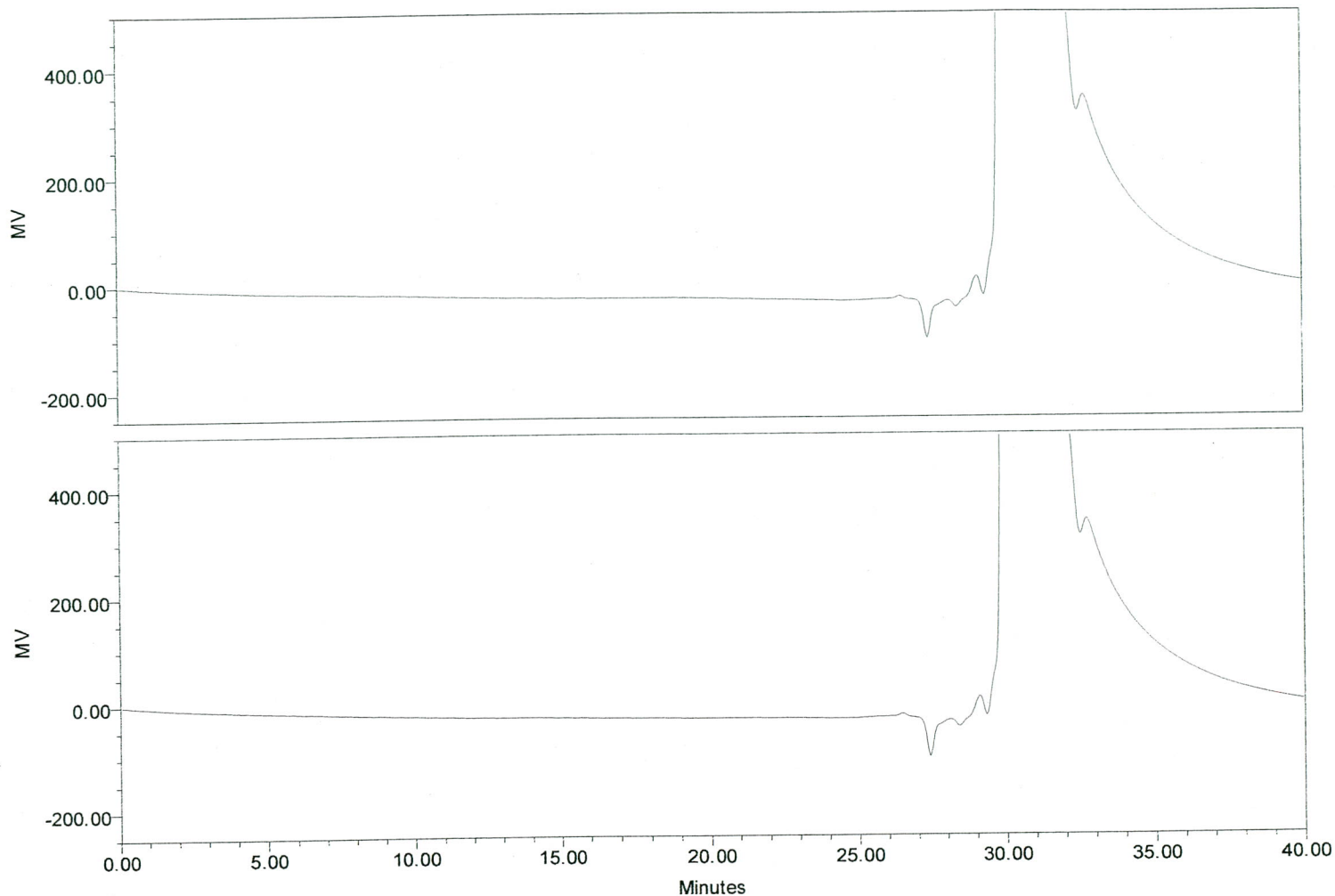
Vulstof geëxtraheerd met 85 % Methyleenchloride en 15 % Ethanol

Project Name IPG  
 User Name Dave van Vliet (Vliet)  
 Software Empower Software



Report Method Name GPC vulstof  
 Current Date 6/6/2003

### Stacked Chromatograms



— SampleName il03050.IPG004; Vial 5; Injection 1; Channel 410 ; Date Acquired 6/4/2003 7:15:04 PM  
 — SampleName il03050.IPG004; Vial 5; Injection 2; Channel 410 ; Date Acquired 6/4/2003 7:56:41 PM

**Component Summary Table**

	SampleName	Inj	Injection Volume (ul)	Run Time (Minutes)	Channel	RT	Area	Height	Mn	Mw	Mz	Vial
1	il03050.IPG004	1	100.00	40.00	410	****	****	****	****	****	****	5
2	il03050.IPG004	2	100.00	40.00	410	****	****	****	****	****	****	5
Mean												
Std. Dev.												
% RSD												

Proef uitgevoerd volgens werkvoorschrift 017  
 Opmerkingen:  
 Vulstof geëxtraheerd met Tetra

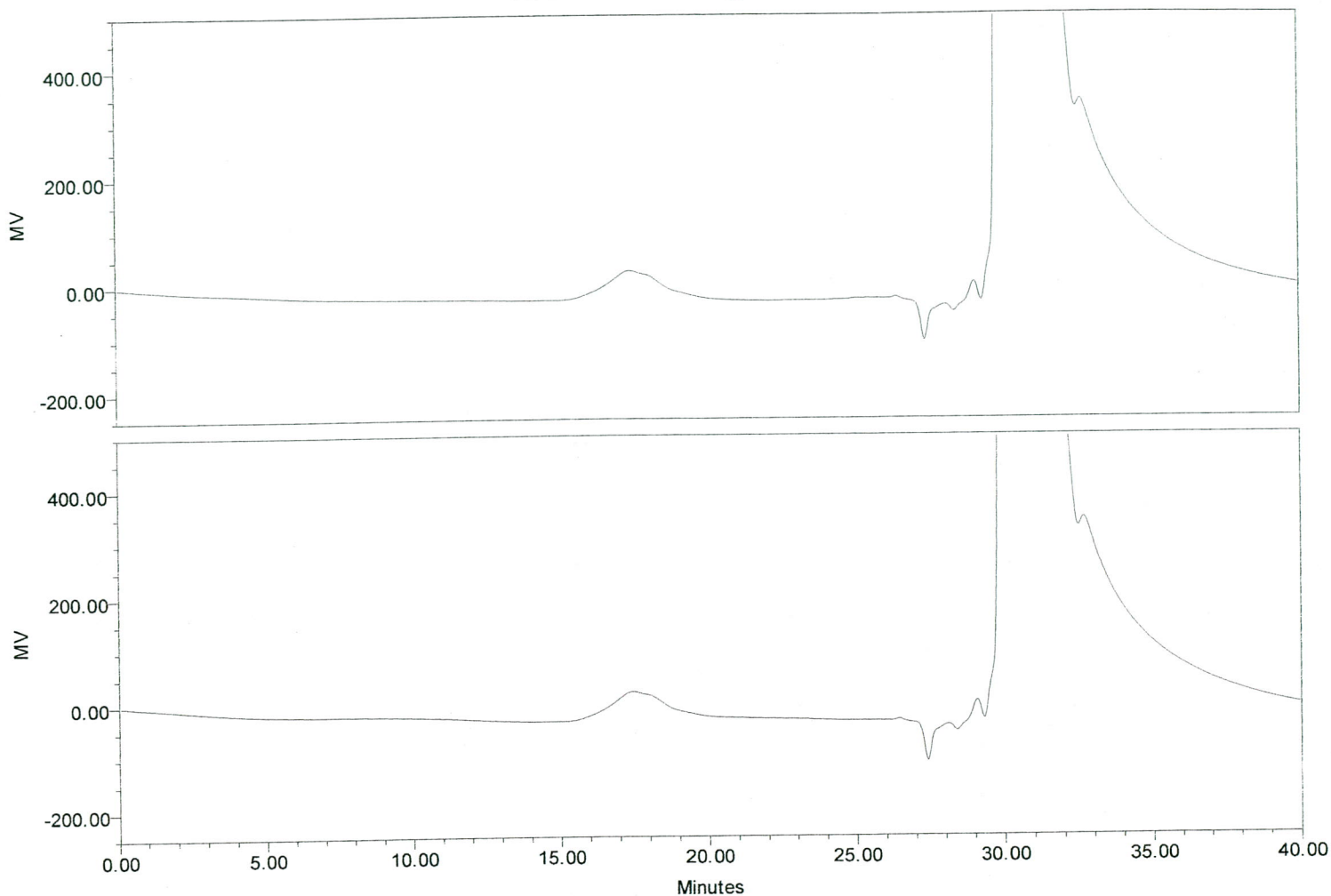


Project Name IPG  
 User Name Dave van Vliet (Vliet)  
 Software Empower Software



Report Method Name GPC vulstof  
 Current Date 6/6/2003

### Stacked Chromatograms



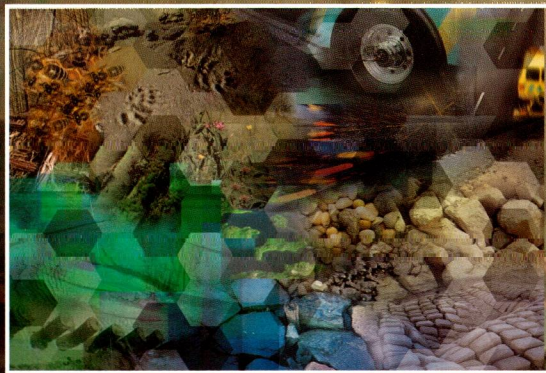
—— SampleName EVA; Vial 6; Injection 1; Channel 410 ; Date Acquired 6/4/2003 8:38:28 PM  
 —— SampleName EVA; Vial 6; Injection 2; Channel 410 ; Date Acquired 6/4/2003 9:20:05 PM

**Component Summary Table**

	SampleName	Inj	Injection Volume (ul)	Run Time (Minutes)	Channel	RT	Area	Height	Mn	Mw	Mz	Vial
1	EVA	1	100.00	40.00	410	****	****	****	****	****	****	6
2	EVA	2	100.00	40.00	410	****	****	****	****	****	****	6
Mean												
Std. Dev.												
% RSD												

Proef uitgevoerd volgens werkvoorschrift 017  
 Opmerkingen:  
 25 mg Eva opgelost in 50 ml toluen (warm)





De Dienst Weg- en Waterbouwkunde is de adviesdienst van Rijkswaterstaat voor techniek en milieu voor de weg- en waterbouw.

De dienst adviseert, onderzoekt en draagt kennis over in de constructieve weg- en waterbouw, de natuur- en milieutechniek van fysieke infrastructuur, waterkeringen en watersystemen, en de grondstoffenvoorziening voor de bouw, inclusief de milieu-aspecten.

Dienst Weg- en Waterbouwkunde, Rijkswaterstaat,  
Postadres: Postbus 5044  
2600 GA Delft

Bezoekadres: Van der Burghweg 1  
2628 CS Delft,

Telefoon: (015) 251 85 18

Telefax: (015) 251 85 55

E-mail: [dwwmail@dww.rws.minvenw.nl](mailto:dwwmail@dww.rws.minvenw.nl)

Internet: [www.minvenw.nl/rws/dww/home/](http://www.minvenw.nl/rws/dww/home/)