

Optimierung der versuchstechnischen Rahmenbedingungen für die Durchführung und Auswertung performance-orientierter Bitumenuntersuchungen mittels Dynamischem Scher-Rheometer

FA 7.196

Forschungsstelle: Nordlabor GmbH für bautechnische Prüfungen, Pinneberg

Bearbeiter: Hase, M. / Oelkers, C.

Auftraggeber: Bundesministerium für Verkehr, Bau- und Wohnungswesen, Bonn

Abschluss: Oktober 2004

1. Einleitung und Aufgabenstellung

Das Gebrauchsverhalten bzw. das mechanische Verhalten von Asphalten wird in erster Linie durch das temperaturabhängige Fließverhalten des eingesetzten Bindemittels bzw. des Mörtels bestimmt. Zurzeit werden die Eigenschaften von Bindemitteln meistens anhand der Nadelpenetration, des Erweichungspunktes Ring und Kugel und des Brechpunktes nach Fraaß ermittelt. An polymermodifizierten Bitumen (PmB) wird zusätzlich die Prüfung der elastischen Rückstellung gemäß DIN V 52021-1 und Duktilität durchgeführt, um das ausgeprägte elastische Verhalten besser erfassen zu können. Für die oben aufgeführten Prüfungen liegt ein relativ großer Erfahrungshintergrund vor, mit dem man Rückschlüsse auf das Gebrauchsverhalten der Bindemittel vornehmen kann.

Für polymermodifizierte Bindemittel hat sich jedoch herausgestellt, dass dieser Erfahrungshintergrund bzw. die Ermittlung der konventionellen Kenndaten nicht ausreichen, um das Gebrauchsverhalten der polymermodifizierten Bindemittel hinreichend genau beschreiben zu können.

Die Kenntnis rheologischer Kenngrößen ist nötig, um eine bessere Abschätzung des rheologischen Verhaltens von Bindemitteln vornehmen zu können, um schließlich das mechanische Verhalten von Asphalten sicherer prognostizieren zu können.

Rheologische Kenngrößen an Bitumen können mit dem Dynamischen Scher-Rheometer (DSR) ermittelt werden.

Ziel des o. g. Forschungsvorhabens war es, die Prüfbedingungen für die Versuche mittels Dynamischem Scher-Rheometer so zu optimieren, dass die häufig in Deutschland verwendeten polymermodifizierten Bindemittel und Straßenbaubitumen differenziert und plausibel auf ihre Gebrauchseigenschaften angesprochen werden und die rheologischen Kenngrößen der Bindemittel bestimmt werden können. Denn nur durch die Kenntnis rheologischer Kenngrößen ist eine objektivere Beurteilung des rheologischen Verhaltens auch von polymermodifizierten Bindemitteln möglich.

2. Untersuchungsmethodik

2.1 Allgemeines

Im Rahmen des o. g. Forschungsvorhabens wurden mittels Dynamischen Scher-Rheometer Oszillations- und Kriechversuche durchgeführt. Unter einem Oszillationsversuch wird ein Schwingungstest verstanden. In einem Dynamischen Scher-Rheometer werden bei bestimmten Temperaturen und bestimmten Frequenzen oszillierende Scherbelastungen auf eine Probe aufgebracht. Die Beanspruchungen der Probe werden durch ein Drehmoment, das durch konstante Spannungen bzw. Deformationen hervorgerufen wird, erzielt. Im Dynamischen Scher-Rheometer werden die resultierenden Scherdehnungen

bzw. -spannungen sowie die Zeitverzögerung zwischen Spannung und Dehnung gemessen.

Aus den Messdaten lassen sich u. a. die rheologischen Kenngrößen Phasenverschiebungswinkel δ und komplexer Schubmodul G^* errechnen.

Die Oszillationsversuche wurden an acht Originalbitumen und nach dem RTFOT-Verfahren gealterten Bindemittelsorten durchgeführt. Dabei sind die Deformation in drei Stufen ($d = 4\%, 6\%, 8\%$), die Frequenz in drei Stufen ($f = 1,59\text{ Hz}, 4\text{ Hz}, 6\text{ Hz}$) und die Temperatur in vier Stufen ($T = 50\text{ °C}, 60\text{ °C}, 70\text{ °C}, 80\text{ °C}$) systematisch variiert worden. Somit ergaben sich bei acht unterschiedlichen Bindemittelsorten im Originalzustand und im gealterten Zustand insgesamt 576 verschiedene Varianten der Oszillationsversuche. Wegen der Wiederholungsprüfungen ($n = 3$) zur Erfassung des stochastischen Einflusses und zur Absicherung der Ergebnisse lagen somit der Auswertung insgesamt 1728 Oszillationsversuche zu Grunde.

Die Kriechversuche wurden bei den Temperaturen $T_1 = 50\text{ °C}$, $T_2 = 60\text{ °C}$ und $T_3 = 70\text{ °C}$ und den Schubspannungen von $\tau_1 = 100\text{ Pa}$, $\tau_2 = 500\text{ Pa}$, $\tau_3 = 1000\text{ Pa}$ an den acht Original- und nach dem RTFOT-Verfahren gealterten Bindemittelsorten durchgeführt. Somit ergaben sich bei den acht unterschiedlichen Bindemittelsorten im Original- und im gealterten Zustand insgesamt 144 verschiedene Varianten der Kriechversuche. Aufgrund der Wiederholungsprüfung ($n = 3$) basiert die Auswertung der Kriechversuche auf 432 Einzelversuchen.

Aus der Tabelle 1 können die acht am Forschungsvorhaben teilnehmenden Bindemittelsorten abgelesen werden.

Die Ergebnisse der Versuche wurden mittels multipler Varianzanalysen und Regressionsanalysen ausgewertet.

Zunächst wird im folgenden Abschnitt auf die Analyse der Messdaten aus den Oszillationsversuchen und anschließend aus den Kriechversuchen eingegangen.

Die festgestellten Messergebnisse wurden nicht durch Ausreißertests aufbereitet, sondern gehen alle in die statistische Auswertung mit ein, um später erkennen zu können, ob bei einer bestimmten Parameterkombination die ermittelten Werte mehr oder weniger streuen.

Tabelle 1: Auswahl der Bindemittelsorten

Bitumensorte	Hersteller
Straßenbaubitumen 70/100	1
Straßenbaubitumen 30/45	1
PmB 25 A	2
PmB 45 A	2
PmB H	2
PmB 45 A	1
PmB 25 A	3
PmB H	4

2.2 Analyse der Messdaten-Oszillationsversuche

In einer vierfachen Varianzanalyse wurde zunächst untersucht, welchen Einfluss die Bindemittelsorte, die Temperatur T , die Frequenz f und die Deformation d auf die Ermittlung der Merkmalsgrößen ausüben können. Demnach wird die Merkmalsgröße Phasenverschiebungswinkel δ sowohl für die Originalbinde-

mittelsorten als auch für die gealterten Bindemittelsorten in erster Linie durch die Wahl der Bindemittelsorte, in zweiter Linie durch die Prüftemperatur T und am geringsten durch die Frequenz f signifikant beeinflusst.

Es gilt:

Einfluss auf δ : Sorte > T >> f >> Deformation

Exemplarisch sind die Ergebnisse der vierfachen Varianzanalyse für die Merkmalsgröße Phasenverschiebungswinkel δ für alle Originalbindemittelsorten in Bild 1 dargestellt.

Die Ergebnisse für die Merkmalsgröße komplexer Schubmodul G^* zeigen für alle Originalbindemittel und gealterte Bindemittel, dass die Prüftemperatur T den stärksten signifikanten Einfluss ausübt. An zweiter Stelle ist der Einfluss der Bindemittelsorte und dritter Stelle der Einfluss der Frequenz f zu nennen und als signifikant zu werten. Auffallend ist noch, dass eine relativ starke Wechselwirkung zwischen der Bindemittelsorte und der Temperatur T festzustellen ist.

Es gilt:

Einfluss auf G^* : T >> Sorte > f >> Deformation.

Exemplarisch sind die Ergebnisse der vierfachen Varianzanalyse für die Merkmalsgröße komplexer Schubmodul G^* der acht Originalbindemittelsorten an dieser Stelle wiedergegeben (Bild 2).

Aufgrund der starken Dominanz der Prüftemperatur T wurden auch Varianzanalysen der dreifachen Klassifikation mit den Einflussgrößen Bindemittelsorte, Frequenz f und Deformation gerechnet. Diese Ergebnisse wurden in Abhängigkeit von der Prüftemperatur T weiter untersucht.

Für die Merkmalsgrößen G^* und δ zeigt sich, dass die Bindemittelsorte sowohl bei den Original- als auch bei den gealterten Bindemittelsorten den größten Einfluss besitzt.

Während für die Merkmalsgröße Phasenverschiebungswinkel δ die Frequenz f aufgrund eines sehr dominanten Einflusses der Bindemittelsorte praktisch an Bedeutung verliert, sind die Varianzanteile der Frequenz f für die Merkmalsgröße komplexer Schubmodul G^* in der Mehrzahl der Fälle größer als 20 % und schwanken etwas in Abhängigkeit von der Temperatur T.

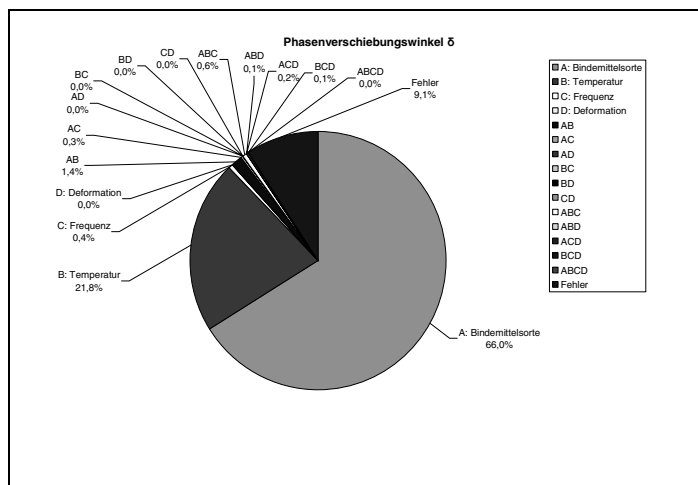


Bild 1: Vierfache Varianzanalyse, Merkmalsgröße δ , acht Originalbindemittelsorten

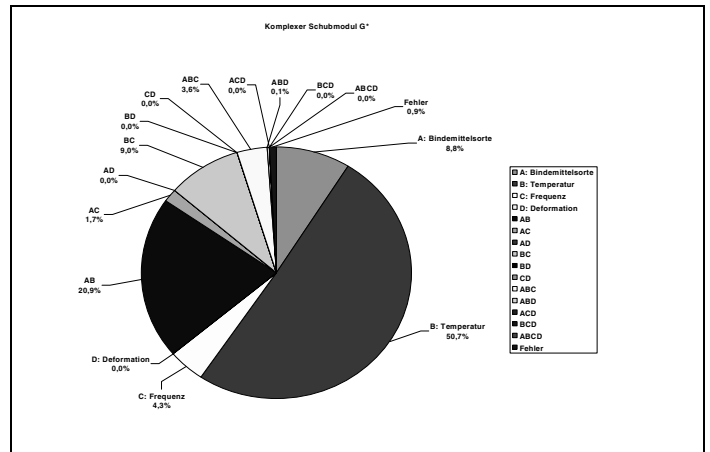


Bild 2: Vierfache Varianzanalyse, Merkmalsgröße G^* , acht Originalbindemittelsorten

Weiterhin wurde durch Varianzanalysen der dreifachen Klassifikation der Einfluss der Temperatur T, der Frequenz f und der Deformation d auf die Merkmalsgrößen in Abhängigkeit der Bindemittelsorten untersucht. Hier stellte sich heraus, dass für G^* die Varianzanteile der Einflussgrößen etwa gleich hoch dargestellt werden können.

Der größte Einfluss geht von der Wahl der Temperatur T aus.

Die Wahl der Frequenz f spielt für alle Bindemittelsorten eine signifikante Rolle, die Varianzanteile sind hier jedoch deutlich geringer.

Bei der Merkmalsgröße Phasenverschiebungswinkel δ konnten Unterschiede der Varianzanteile der Einflussgrößen in Abhängigkeit von der Bindemittelsorte festgestellt werden.

An dieser Stelle sei erwähnt, dass bei allen durchgeführten varianzanalytischen Betrachtungen die Einflussgröße der Deformation d bei den vorgegebenen Randbedingungen keinen Einfluss auf die Ermittlung der Merkmalsgrößen Phasenverschiebungswinkel δ und komplexer Schubmodul G^* hat.

Im Rahmen der Regressionsanalysen konnte mit Hilfe von Isochronen nachgewiesen werden, dass die Merkmalsgröße G^* in Abhängigkeit von der Temperatur T bei jeweils konstanter Frequenz f in der Mehrzahl der Fälle durch Exponentialfunktionen mit sehr hohem Bestimmtheitsmaß mathematisch beschrieben werden kann.

In Bild 3 sind der Einfluss von Temperatur T und Frequenz f auf den Komplexen Schubmodul G^* gealterter und nicht gealterter Bindemittelproben der Sorte 30/45 eines Herstellers 1 in Form von Isochronen exemplarisch dargestellt.

Des Weiteren konnte herausgearbeitet werden, dass mit zunehmender Frequenz f die Werte der Merkmalsgröße G^* größer werden. – Der mathematische Zusammenhang zwischen der Zielgröße G^* und der Frequenz f bei jeweils konstanter Temperatur T kann durch polynomische bzw. lineare Ansätze sehr gut beschrieben und anhand von Isothermendarstellungen veranschaulicht werden. Exemplarisch ist der Einfluss von Frequenz f und Temperatur T auf den Komplexen Schubmodul G^* gealterter und nicht gealterter Bindemittelproben der Sorte PmB 45 A eines Herstellers 2 in Bild 4 wiedergegeben.

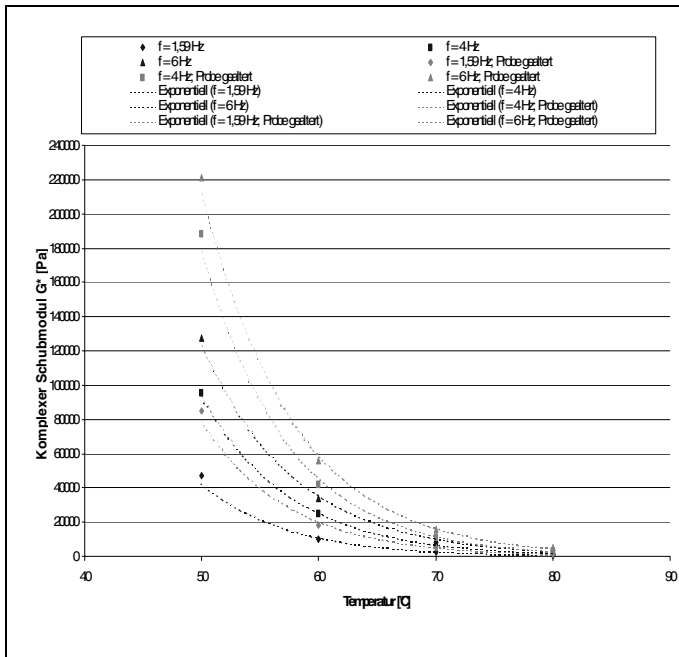


Bild 3: G^* ($T, f = \text{const.}$); Originalbindemittel und gealterte Bindemittel, 30/45 Hersteller 1

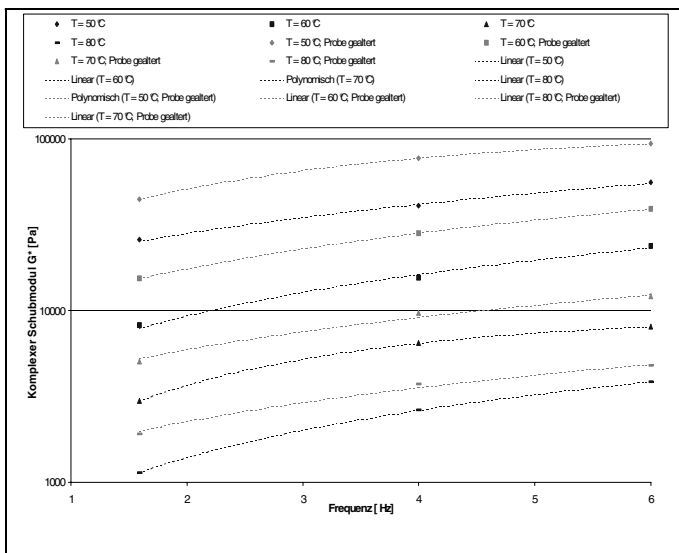


Bild 4: G^* ($f, T = \text{const.}$), Originalbindemittel und gealterte Bindemittel, PmB 45 A Hersteller 2

Auch die Alterung übt einen Einfluss auf die oben genannte Merkmalsgröße aus. In der Mehrzahl der Fälle sind die Werte von G^* bei sonst gleichen Prüfbedingungen im gealterten thermischen Beanspruchungszustand größer als im nicht gealterten Beanspruchungszustand.

Der Einfluss der Temperatur T und der Frequenz f auf die Werte der Merkmalsgröße Phasenverschiebungswinkel δ kann durch einen polynomischen bzw. linearen Ansatz mit einem hohen Bestimmtheitsmaß beschrieben werden. Dieses gilt sowohl für die Originalbitumen als auch für die gealterten Bindemittelsorten. In der Mehrzahl der Fälle steigen die ermittelten Werte der Phasenverschiebungswinkel δ für alle Bindemittelsorten im nicht gealterten und gealterten thermischen Beanspruchungszustand mit zunehmender Temperatur bei sonst gleichen Prüfbedingungen an.

Weiterhin konnte festgestellt werden, dass die Werte der Phasenverschiebungswinkel δ in der Mehrzahl der Fälle im nicht gealterten thermischen Beanspruchungszustand, unabhängig

von der Wahl der Frequenz, größer sind als die Werte nach der Alterung.

Diese Zusammenhänge konnten in Form von Isochronen veranschaulicht werden.

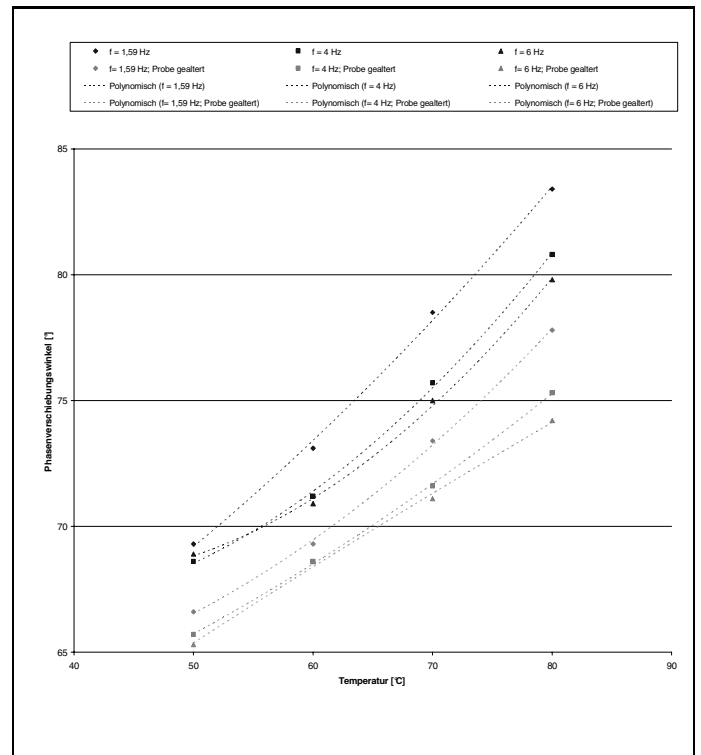


Bild 5: δ ($T, f = \text{const.}$); Originalbindemittel und gealterte Bindemittel, PmB 45 A, Hersteller 1

An dieser Stelle wird exemplarisch auf Bild 5 verwiesen, aus dem der Einfluss von Temperatur T und Frequenz f auf den Phasenverschiebungswinkel δ gealterter und nicht gealterter Bindemittelproben der Sorte PmB 45 A eines Herstellers 1 in Form von Isochronen abgelesen werden kann.

Um schließlich noch den starken Einfluss der Temperatur T zu eliminieren, wurde mit Hilfe von zweifachen Varianzanalysen nachgewiesen, dass der Einfluss der Frequenz f auf die Bestimmung der Merkmalsgrößen in Abhängigkeit der Bindemittelsorte unterschiedlich ausfallen kann. Für die Bestimmung der Merkmalsgröße G^* konnte sowohl bei den Originalbitumen wie auch an den gealterten Bindemittelsorten ein sehr starker Einfluss der Frequenz f festgestellt werden. Für die Merkmalsgröße Phasenverschiebungswinkel δ jedoch konnte keine Systematik abgeleitet werden. So war es nicht möglich, durch die Isothermendarstellung einen allgemein gültigen Zusammenhang für alle Bindemittelsorten im gealterten und nicht gealterten thermischen Beanspruchungszustand zwischen der Einflussgröße der Frequenz f und der Zielgröße des Phasenverschiebungswinkel δ festzustellen.

Über multiple iterative lineare Regressionsanalysen wurde herausgefunden, dass der Phasenverschiebungswinkel δ in Abhängigkeit von der Temperatur T bzw. von den Frequenzstufen und der Temperatur T sowohl für die Originalbitumen als auch für die gealterten Bindemittelsorten sich sehr gut über die Merkmalsgrößen der Gruppe der konventionellen Bindemittelkenndaten, wie Erweichungspunkt Ring und Kugel, Nadelpenetration, Brechpunkt nach Fraaß, maximale Formänderungs-

arbeit und elastische Rückstellung als Einflussgrößen beschreiben lässt. Die errechneten Bestimmtheitsmaße lagen dann in der Mehrzahl der Fälle bei $R^2 > 95\%$.

In speziellen Fällen von Parameterkombinationen reicht es aus, den Phasenverschiebungswinkel δ mit Hilfe des Erweichungspunktes Ring und Kugel und der elastischen Rückstellung zu beschreiben.

In mehreren Fällen musste für die Beschreibung des Phasenverschiebungswinkels δ auch noch der Brechpunkt nach Fraaß und auch die Nadelpenetration berücksichtigt werden. Der Einfluss der maximalen Formänderungsarbeit hat bei den meisten multiplen Regressionsanalysen keinen signifikanten Einfluss auf die Bestimmung des Phasenverschiebungswinkels δ .

Aufgrund der Vorzeichen vor den Regressionskoeffizienten konnte abgeleitet werden, dass der Phasenverschiebungswinkel δ mit abnehmenden Werten des Erweichungspunktes Ring und Kugel mit größeren Werten für die Nadelpenetration, mit größeren Werten für den Brechpunkt nach Fraaß, mit höheren Werten für die maximale Formänderungsarbeit und abnehmenden Werten für die elastische Rückstellung größer wird.

Als Beispiele für Ergebnisse der multiplen iterativen linearen Regressionsanalysen sind im Folgenden zwei Gleichungen angegeben, die für eine Parameterkombination bei einer Temperaturstufe von $T = 50\text{ °C}$ und einer Frequenzstufe von $f = 1,59\text{ Hz}$ gelten:

a) für Originalbindemittel:

$$\delta(T = 50\text{ °C}, f = 1,59\text{ Hz}) = -0,5759 \cdot EP + 0,2628 \cdot pen + 1,6516 \cdot BP + 114,1746;$$

Bestimmtheitsmaß $R^2 = 97,585\%$

mit: EP - Erweichungspunkt Ring und Kugel in °C
pen - Nadelpenetration in 1/10 mm
BP - Brechpunkt nach Fraaß in °C

b) für gealterte Bindemittel (thermisch beanspruchte Bindemittel):

$$\delta(T = 50\text{ °C}, f = 1,59\text{ Hz}) = -0,58 \cdot EP - 0,1034 \cdot eIRü + 108,4774;$$

Bestimmtheitsmaß $R^2 = 95,784\%$

mit: EP - Erweichungspunkt Ring und Kugel in °C
eIRü - elastische Rückstellung in %

Da durch die Varianzanalyse der dreifachen Klassifikation, gerechnet mit den Einflussgrößen Bindemittelsorten, Frequenz und Deformation in Abhängigkeit der Prüftemperatur festgestellt worden ist, dass die Bindemittelsorte alle Merkmalsgrößen am stärksten beeinflusst, war zu vermuten, dass die verschiedenen Bindemittelsorten bei bestimmten Prüfrandbedingungen so angesprochen werden können, dass eine eindeutige Differenzierung der unterschiedlichen bitumenhaltigen Stoffe voneinander möglich ist.

2.3 Analyse der Messdaten-Kriechversuche

Über eine vierfache Varianzanalyse wurde zunächst untersucht, welchen Einfluss die Alterung, die Bindemittelsorte, die Schubspannung und die Prüftemperatur auf die Merkmalsgrößen Kriechdehnung nach einer Kriechdauer von $t = 0,062\text{ s}$ und $t = 180\text{ s}$, Kriechdehnung nach einer Kriecherholungsdauer von $t = 600\text{ s}$ und Viskosität ausüben können.

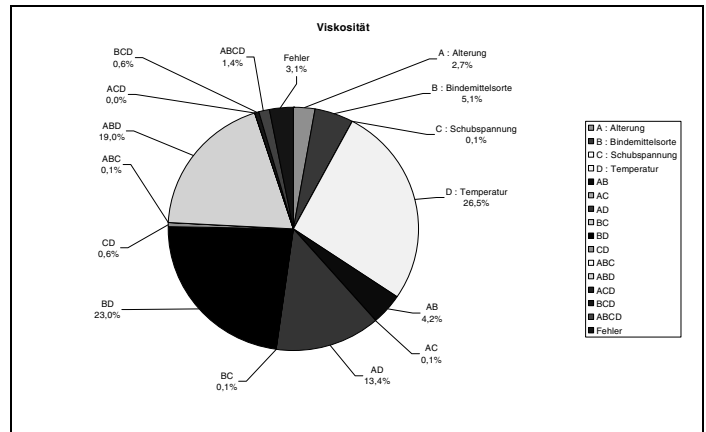


Bild 6: Ergebnisse der vierfachen Varianzanalyse der Merkmalsgröße Viskosität der acht frischen und gealterten Bindemittelsorten

Hier zeigte sich für die oben erwähnten Merkmalsgrößen, dass anders als bei den Oszillationsversuchen die Haupteffekte aber auch die Wechselwirkungen einen signifikanten Einfluss auf die Bestimmung der Kriechdehnungen und Viskosität ausüben.

Exemplarisch ist Bild 6, das die Ergebnisse der vierfachen Varianzanalyse der Merkmalsgröße Viskosität nach $t = 180\text{ s}$ der acht Original- und gealterten Bindemittelsorten darstellt, an dieser Stelle eingefügt.

Über dreifache Varianzanalysen wurde untersucht, wie weit die oben genannten Merkmalsgrößen durch die Variabilität der Alterung, der Bindemittelsorte und der Schubspannung in Abhängigkeit der gewählten Prüftemperatur beeinflusst werden können. Hier zeigte sich, dass unabhängig von der Prüftemperatur die Variation der Schubspannung den stärksten Einfluss auf die Ermittlung der Kriechdehnung nach einer Kriechdauer von $t = 0,062\text{ s}$ und die Variation der Bindemittelsorte auf die Ermittlung der Kriechdehnung nach einer Kriechdauer von $t = 180\text{ s}$, der Kriechdehnung nach einer Kriecherholungsdauer von $t = 600\text{ s}$ und der Viskosität ausübt.

Den Abschluss der varianzanalytischen Betrachtungen bildete die Varianzanalyse der zweifachen Klassifikation. Hier wurde der Einfluss der Schubspannung und der Temperatur in Abhängigkeit der acht Original- und gealterten Bindemittelsorten für die Merkmalsgrößen der Kriechdehnungen und Viskosität untersucht.

Es konnte nachgewiesen werden, dass die Bindemittelsorten unterschiedlich stark auf Temperaturänderungen reagieren. Dabei zeigte das Bitumen PmB H eines Herstellers 4 ein weniger empfindliches Verhalten. Am stärksten ausgeprägt ist die Temperaturabhängigkeit bei der Bindemittelsorte 70/100 eines Herstellers 1 (Bild 7). Diese festgestellte Charakteristik ist bei den gealterten Bindemittelsorten nicht mehr so stark ausgeprägt.

Für die nicht thermisch beanspruchten Bindemittelsorten zeigte sich, dass der Einfluss der Schubspannung am stärksten bei der Merkmalsgröße Kriechdehnung nach einer Kriechdauer von $t = 0,062\text{ s}$ ausgeprägt ist. Weniger stark wirkt sich die Schubspannung für die Bestimmung der Kriechdehnung nach einer Kriechdauer von $t = 180\text{ s}$ bzw. der Kriechdehnung nach einer Kriecherholungsdauer von $t = 600\text{ s}$ (Bild 8) aus.

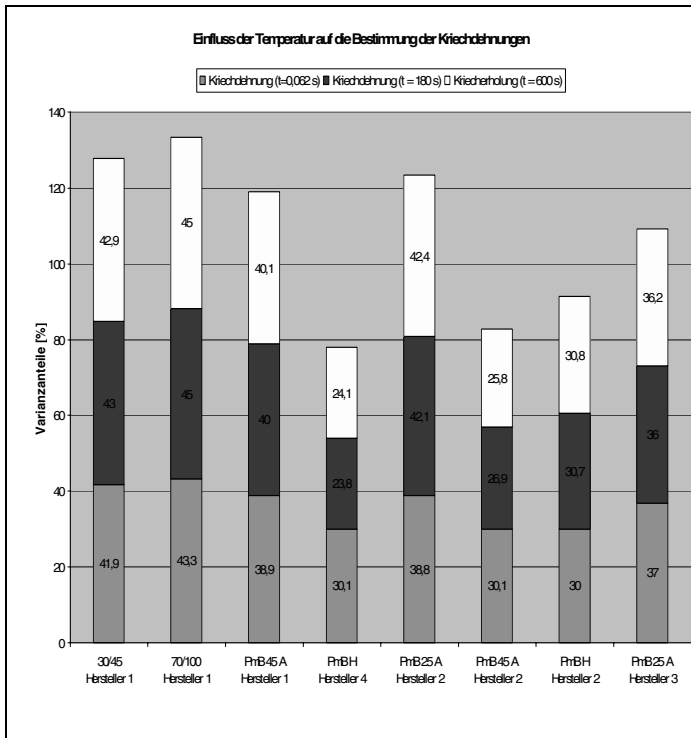


Bild 7: Ergebnisse der zweifachen Varianzanalyse: Einfluss der Temperatur auf die Bestimmung der Kriechdehnung $t = 0,062$ s, $t = 180$ s nach einer Kriecherholungsdauer von $t = 600$ s der acht Originalbindemittelsorten

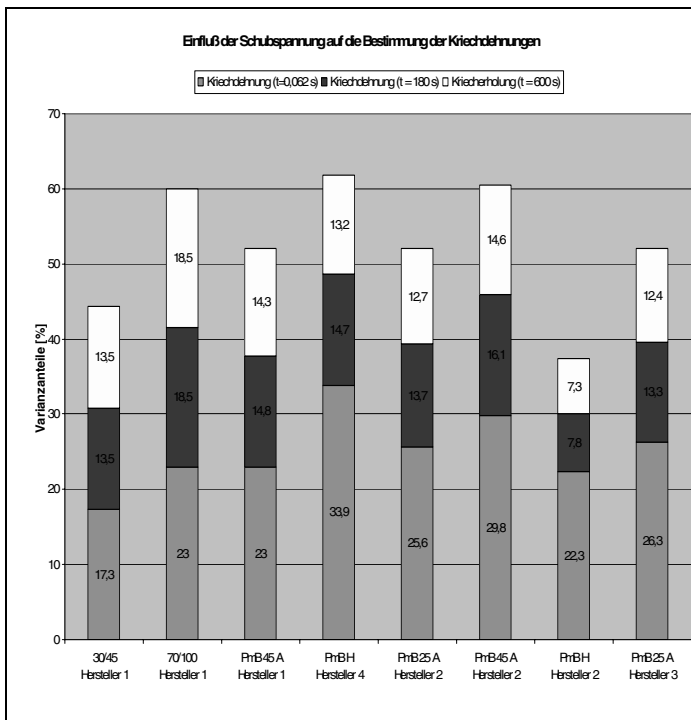


Bild 8: Ergebnisse der zweifachen Varianzanalyse: Einfluss der Schubspannung auf die Bestimmung der Kriechdehnung $t = 0,062$ s, $t = 180$ s, nach einer Kriecherholungsdauer von $t = 600$ s der acht Originalbindemittelsorten

Die gleiche Systematik lässt sich ebenfalls für die gealterten Bindemittelsorten ableiten. Das bedeutet auch, dass der Ein-

fluss der Schubspannung auf die ermittelten Kenngrößen der Kriechdehnungen durch die Alterung nicht wesentlich beeinflusst wird. – Die Variation der Schubspannung spielt für die Ermittlung der Viskosität praktisch keine Rolle. Dagegen übt die Prüftemperatur einen sehr dominanten Einfluss auf die Bestimmung der Viskosität aus, wobei dieser Einfluss noch in der Mehrzahl der Fälle tendenziell nach der Alterung verstärkt wird.

Durch Regressionsanalysen wurde festgestellt, dass die gemessenen Dehnungen in Abhängigkeit von der Versuchszeit bis zum Ende der Belastungsphase sehr gut mit Hilfe von einfachen linearen Regressionsgeraden mit sehr hohen Bestimmtheitsmaßen R^2 von über 95 % beschrieben werden können. Die viskoelastischen Anteile des Bitumens, die im ersten Teil der Belastungsphase den Kurvenverlauf prägen, werden jedoch durch einen linearen Ansatz praktisch nicht berücksichtigt.

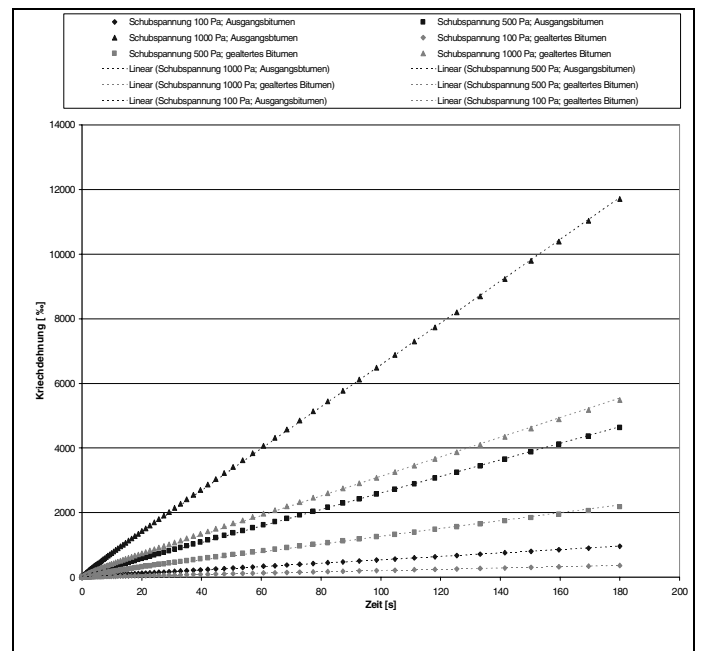


Bild 9: Kriechdehnung (Belastungsphase) in Abhängigkeit von der Zeit bei einer Temperatur von $T = 50$ °C für ein Bindemittel der Sorte PmB 45 A eines Herstellers 1

Die Kriechdehnungen der Belastungsphase in Abhängigkeit von der Zeit bei einer Temperatur von $T = 50$ °C sind exemplarisch für ein Bindemittel der Sorte PmB 45 A eines Herstellers 1 auf der Bild 9 zu erkennen.

Der mathematische Zusammenhang zwischen den Merkmalsgrößen der Kriechdehnungen bzw. der Viskosität und Einflussgröße der Temperatur kann bei jeweils konstanten Schubspannungen durch exponentielle Regressionsansätze mit guten Bestimmtheitsmaßen von über 90 % beschrieben werden. Bei vergleichbaren Prüfbedingungen gilt für alle Bindemittelsorten, dass die festgestellten Werte der Kriechdehnungen im nicht gealterten thermischen Beanspruchungszustand größer sind als im gealterten thermischen Beanspruchungszustand.

Unabhängig von der Schubspannung und der jeweils gewählten Temperatur liegen die festgestellten Werte der Viskosität bis auf eine Ausnahme (PmB H eines Herstellers 4) im gealterten thermischen Beanspruchungszustand auf höherem Niveau als im nicht gealterten thermischen Beanspruchungszustand. Ein Beispiel für eine Kurve gleicher Schubspannungsstufen, aus der die soeben beschriebenen Zusammenhänge deutlich werden, kann Bild 10 entnommen werden.

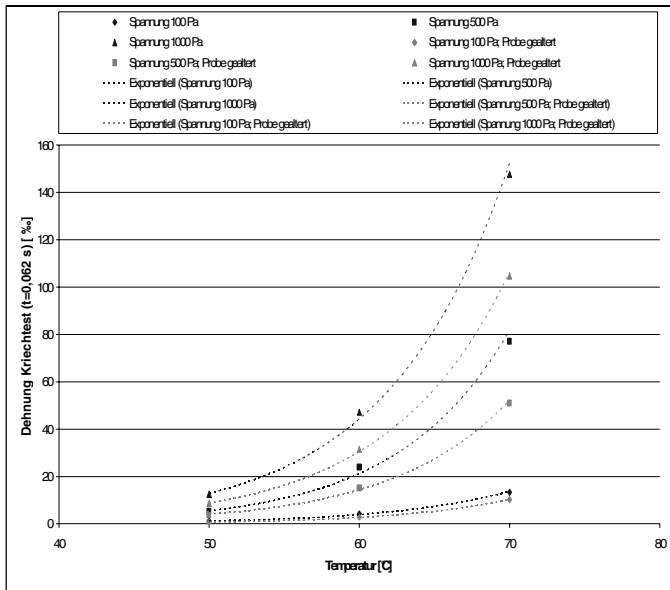


Bild 10: Einfluss von Temperatur und Schubspannung auf die Kriechdehnung nach einer Kriechdauer von $t = 0,062$ s für ein Bindemittel der Sorte PmB 45 A eines Herstellers 1

Aus den Regressionen konnte für die Merkmalsgröße Viskosität abgeleitet werden, dass für alle Bindemittelsorten in nicht gealterten als auch im gealterten thermischen Beanspruchungszustand die Viskosität mit zunehmender Temperatur stetig abnimmt.

Der mathematische Zusammenhang zwischen den Merkmalsgrößen der Kriechdehnungen und der Einflussgröße der Schubspannung bei jeweils konstanter Temperatur kann mit Hilfe einfacher linearer Regressionen mit sehr guten Bestimmtheitsmaßen von über 95 % beschrieben werden. Die ermittelten Werte der Kriechdehnungen steigen mit zunehmender Temperatur deutlich an. Dieses gilt sowohl für die Original- als auch für gealterte Bindemittelsorten.

Ein Beispiel für diese Zusammenhänge ist in Bild 11 dargestellt.

Bei der Mehrzahl der Fälle zeigte sich bei den Temperaturen von $T_2 = 60$ °C und $T_3 = 70$ °C, dass die Viskosität nicht auf Schubspannungsänderungen reagiert.

Durch Rechnen multipler iterativer linearer Regressionsanalysen für die Merkmalsgrößen der Kriechdehnungen in Abhängigkeit von der Temperatur bzw. von den Schubspannungsstufen und der Temperatur konnte für die Originalbindemittel und die gealterten Bindemittel nachgewiesen werden, dass in der Mehrzahl der Fälle die Kenntnis der Werte der Nadelpenetration und die der elastischen Rückstellung ausreichen, um die Kriechdehnungen mathematisch zu beschreiben. Dieses verdeutlichen die zum Teil sehr hohen gefundenen Bestimmtheitsmaße von über 90 %.

So gilt zum Beispiel für die Originalbindemittel (nichtthermisch beanspruchte Bindemittel) für eine Temperaturstufe von $T = 50$ °C sowie einer Schubspannungsstufe von $\tau = 500$ Pa:

$$\begin{aligned} \text{Kriechdehnung nach einer Kriechdauer von } t = 180 \text{ s} \\ (T = 50 \text{ °C}, \tau = 500 \text{ Pa}) \\ = 985,6002 \cdot \text{pen} - 15235,6488 \cdot \text{FA} - 8310,418; \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Bestimmtheitsmaß } R^2 = 92,154 \% \\ \text{mit } \text{pen} - \text{Nadelpenetration in } 1/10 \text{ mm} \\ \text{FA} - \text{maximale Formänderungsarbeit in Joule} \end{aligned}$$

Für gealterte Bindemittel (thermisch beanspruchte Bindemittel) und eine Temperaturstufe von $T = 50$ °C und einer Schubspannungsstufe $\tau = 500$ Pa gilt:

$$\begin{aligned} \text{Kriechdehnung nach einer Kriechdauer von } t = 180 \text{ s} \\ (T = 50 \text{ °C}, \tau = 500 \text{ Pa}) \\ = 478,6465 \cdot \text{EP} - 213,8013 \cdot \text{elRü} + 3089,8864 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Bestimmtheitsmaß } R^2 = 97,698 \% \\ \text{mit } \text{EP} - \text{Erweichungspunkt Ring und Kugel in } \text{°C} \\ \text{elRü} - \text{elastische Rückstellung in } \% \end{aligned}$$

3. Festlegung der Rahmenbedingungen für die Durchführung und Auswertung von DSR-Versuchen

3.1 Oszillationsversuche

Bei der optimalen Parameterkombination der Versuchsbedingungen sollten einerseits die Ergebnisse der jeweiligen Einzelversuche möglichst wenig streuen und andererseits sollen die Ergebnisse für die einzelnen betrachteten Bindemittelsorten möglichst stark von einander differieren, damit Unterschiede im rheologischen Materialverhalten der Bindemittelsorten herausgearbeitet werden können.

Daher wurden im ersten Schritt Summen von Variationskoeffizienten der einzelnen Parameterkombinationen betrachtet, um die Streuung der Messergebnisse der Einzelversuche veranschaulichen und auswerten zu können.

Anschließend wurde mit Hilfe von BLACK-Diagrammen die Spreizung der Ergebnisse bezüglich der unterschiedlichen Bindemittelsorten in Abhängigkeit von den betrachteten Parameterkombinationen dargestellt und beurteilt.

In einem BLACK-Diagramm werden die an einem Bindemittel bei unterschiedlichen Temperaturen und Frequenzen bestimmten Kennwerte komplexer Schubmodul G^* und Phasenverschiebungswinkel δ in Abhängigkeit voneinander dargestellt.

Unterschiede im rheologischen Materialverhalten verschiedener Bindemittel können mit Hilfe von BLACK-Diagrammen veranschaulicht werden.

Ein Bindemittel reagiert umso elastischer, je kleiner der Wert des Phasenverschiebungswinkels δ ist und weist im Allgemeinen einen umso höheren Gesamtwiderstand gegen Verformungen auf, je größer der Wert des Komplexen Schubmoduls G^* ist. – Die in diesem Forschungsbericht aufgestellten BLACK-Diagramme sollten jedoch nicht zu weiteren Interpretationen hinsichtlich der Eignung eines bestimmten Bindemittels im Asphaltstraßenbau oder anderen Anwendungsgebieten verwendet werden, da das betrachtete Datenfeld noch zu klein ist und bis zu diesem Zeitpunkt noch keine Vergleichsuntersuchungen vorliegen.

Die im ersten Absatz dieses Kapitels genannten Ziele werden sowohl für die gealterten als auch die Originalbindemittelsorten bei der Parameterkombination Temperaturstufe $T = 50$ °C / Frequenzstufe $f = 1,59$ Hz am günstigsten erreicht.

Es kann leicht aus einem BLACK-Diagramm abgelesen werden, dass die Werte des Phasenverschiebungswinkels δ eines Bindemittels kleiner als die eines anderen Bindemittels bzw. die Werte des komplexen Schubmoduls G^* des einen Bindemittels größer als die eines anderen Bindemittels sind. Die für diese Parameterkombination für alle Originalbindemittel und gealterten Bindemittel erstellten BLACK-Diagramme können den Bildern 12 und 13 entnommen werden.

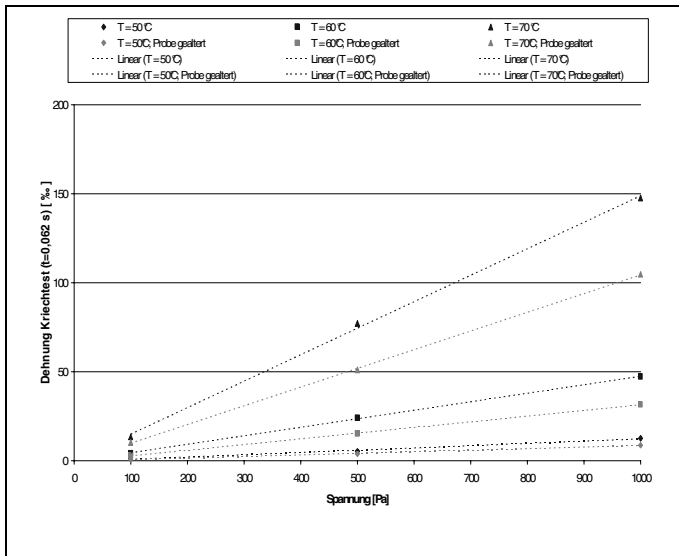


Bild 11: Einfluss von Spannung und Temperatur auf die Kriechdehnung nach einer Kriechdauer von $t = 0,062$ s für ein Bindemittel der Sorte PmB 45 A eines Herstellers 1 (Isothermendarstellung)

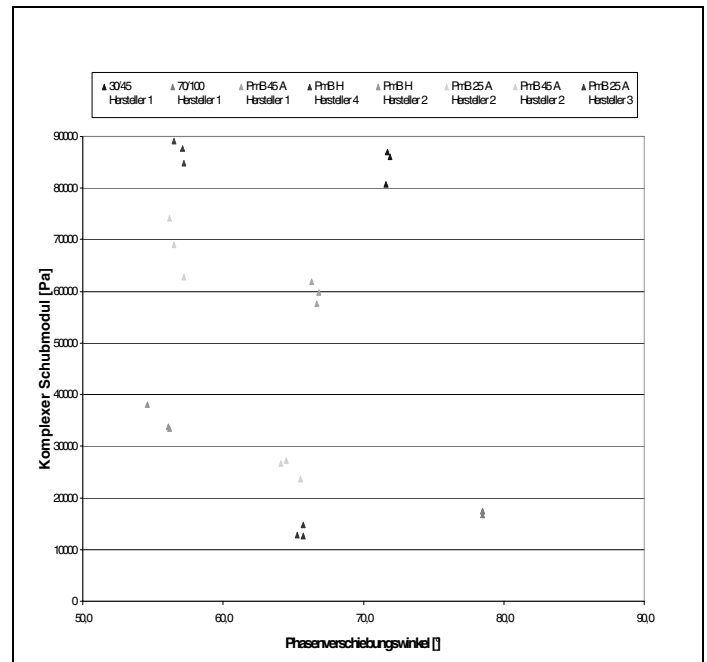


Bild 13: BLACK-Diagramm für alle Originalbindemittel bei einer Temperatur von $T = 50$ °C und einer Frequenz von $f_1 = 1,59$ Hz

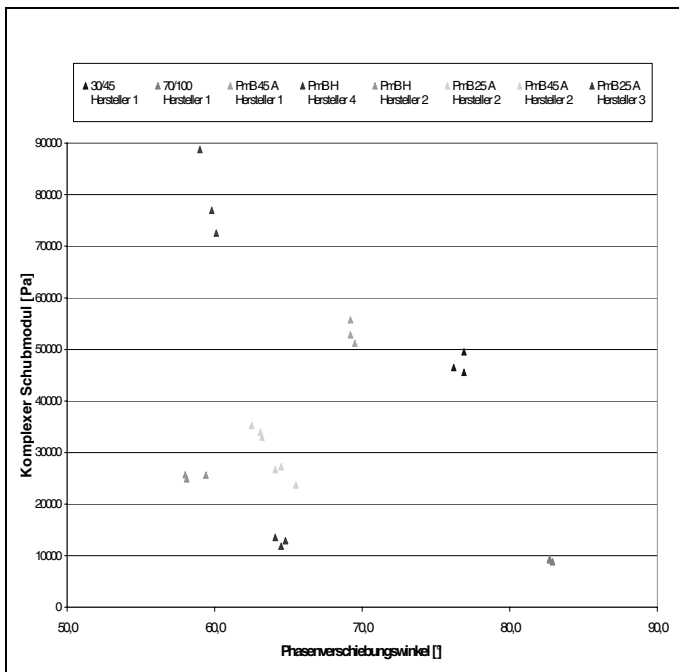


Bild 12: BLACK-Diagramm für alle RTFOT-gealterten Bindemittel bei einer Temperatur von $T_1 = 50$ °C und einer Frequenz von $f_1 = 1,59$ Hz

Aus den varianzanalytischen Betrachtungen geht hervor, dass die Einflussgröße der Deformation die Merkmalsgrößen nicht signifikant beeinflusst. Daher kann die Deformation in einem Bereich zwischen 4–8 % frei gewählt werden.

Aufgrund dieser Zusammenhänge werden für DSR-Versuche in der Betriebsart Oszillation für Original- und gealterte Bindemittel die folgenden Versuchsparameter vorgeschlagen:

- Temperatur $T = 50$ °C
- Frequenz $f = 1,59$ Hz
- Deformation $d = 6$ %

Zur Auswertung gemessener Werte von Phasenverschiebungswinkel δ und komplexer Schubmodul G^* beliebiger Originalbindemittel bzw. RTFOT-gealterter Bindemittel, die bei den soeben genannten Versuchsbedingungen ermittelt worden sind, können die Bilder 14 und 15 verwendet werden.

Die für die acht am Forschungsvorhaben FA 7.196 berücksichtigten Bindemittelsorten gültigen mit unterschiedlichen Farben gekennzeichneten Flächen, die aus den Bildern 14 und 15 abgelesen werden können, stellen Streubereiche dar. Die Streubereiche sind aus den Mittelwerten der Ergebnisse von Phasenverschiebungswinkel δ und komplexer Schubmodul G^* mit Hilfe der jeweiligen aus den Einzelwerten errechneten Standardabweichungen ermittelt worden.

Mit diesen Hilfsmitteln kann das rheologische Stoffverhalten einer beliebigen Bindemittelprobe mit den Ergebnissen der Daten der acht im Forschungsvorhaben berücksichtigten Bindemittelsorten verglichen und somit eingestuft werden.

3.2 Kriechversuche

Die wesentlichen Ergebnisse, die bei der Festlegung der Versuchsparameter für die Kriechversuche zugrundegelegt werden, sind die für die einzelnen Parameterkombinationen festgestellten Werte der Kriechdehnung nach einer Kriechdauer von 180 s und der Viskosität.

Für die Festlegung der Versuchsparameter für Kriechversuche ist es unerlässlich, eine Darstellung der festgestellten Werte der Kenngrößen der Kriechdehnung nach einer Kriechdauer von $t = 180$ s und Viskosität in Abhängigkeit von den betrachteten Bindemittelsorten aufzustellen, so dass Unterschiede im Materialverhalten der verschiedenen bitumenhaltigen Stoffe möglichst deutlich veranschaulicht werden.

Ziel muss es sein, diejenige Parameterkombination von Temperaturstufe und Schubspannungsstufe zu finden, bei welcher die ermittelten Daten der oben genannten Merkmalsgrößen für die betrachteten Bindemittelsorten am stärksten von einander differieren.

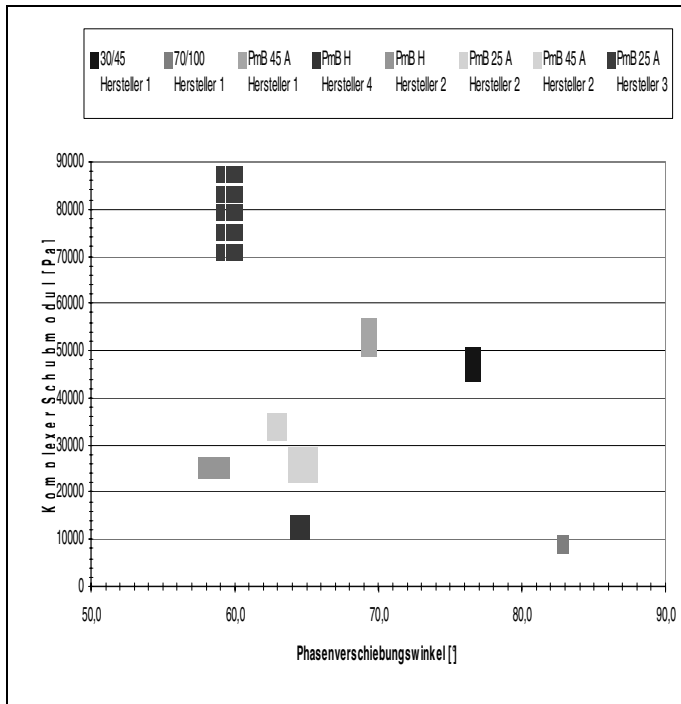


Bild 14: Vorlage zum Eintragen gemessener Werte von Phasenverschiebungswinkel δ und komplexer Schubmodul G^* für Originalbindemittel und Vergleichsmöglichkeit mit Ergebnissen der am Forschungsvorhaben FA 7.196 berücksichtigten Bindemittelsorten (BLACK-Diagramm)

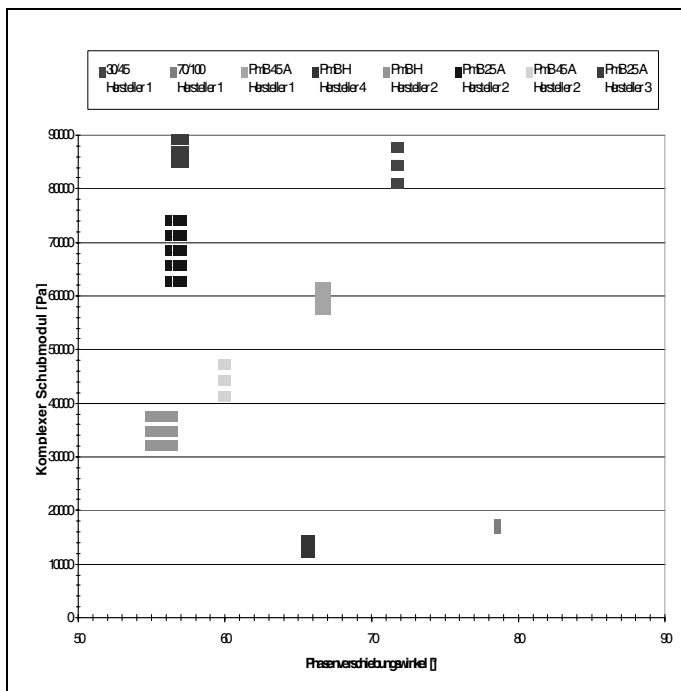


Bild 15: Vorlage zum Eintragen gemessener Werte von Phasenverschiebungswinkel δ und komplexer Schubmodul G^* für RTFOT-gealterte Bindemittel und Vergleichsmöglichkeit mit Ergebnissen der am Forschungsvorhaben FA 7.196 berücksichtigten Bindemittelsorten (BLACK-Diagramm)

Mit Hilfe von "gestapelten" Säulendiagrammen, die die Kenngrößen Kriechdehnung nach einer Kriechdauer von $t = 180$ s sowie Viskosität in Abhängigkeit der betrachteten Originalbin-

demittelsorten für alle im Kriechversuch verwendeten Parameterkombinationen darstellen, wurde festgestellt, dass die ermittelten Werte noch am besten und deutlichsten bei der Parameterkombination Temperaturstufe $T = 50$ °C / Schubspannungsstufe $\tau = 500$ Pa voneinander differieren (Bild 16)

Hier muss jedoch deutlich darauf hingewiesen werden, dass auch durch die Darstellung in Bild 15, die für die Parameterkombination Temperaturstufe $T = 50$ °C und Schubspannungsstufe $\tau = 500$ Pa gilt, nicht alle Bindemittelsorten eindeutig voneinander unterschieden werden konnten, sodass kein allgemeines gültiges Auswertungsverfahren für die Ergebnisse von Kriechversuchen angegeben werden kann.

Sind die konventionellen Bindemittelkennwerte Erweichungspunkt Ring und Kugel, Nadelpenetration, Brechpunkt nach Fraaß, maximale Formänderungsarbeit und elastische Rückstellung eines Bindemittels bekannt, so können die Merkmalsgrößen Kriechdehnung nach einer Kriechdauer von $t = 180$ s und $t = 0,062$ s sowie die Viskositäten für eine bestimmte Parameterkombination aus Temperatur und Schubspannung mit Hilfe von Gleichungen, die durch multiple iterative lineare Regressionsanalysen ermittelt worden sind, gut abgeschätzt werden.

Um gemessene Werte wie die Merkmalsgrößen Kriechdehnung nach einer Kriechdauer $t = 180$ s und Viskosität mit den Ergebnissen, die an den Bindemittelsorten, die in diesem Forschungsvorhaben berücksichtigt worden sind, vergleichen zu können, kann es nützlich sein, die bei der Parameterkombination Temperaturstufe $T = 50$ °C/Schubspannungsstufe $\tau = 500$ Pa festgestellten Daten der oben erwähnten Größen für ein beliebiges, nicht thermisches beanspruchtes Bindemittel in das Diagramm des Bildes 15 einzufügen.

4. Arbeitsanleitung für die Durchführung und Auswertung von Oszillationsversuchen mittels Dynamischem Scher-Rheometer (DSR)

Die Ergebnisse und Auswertungen der Oszillationsversuche des hier vorgestellten Forschungsvorhabens stellen die Grundlage für die im folgenden Text abgedruckte Arbeitsanleitung dar.

4.1 Zweck und Anwendungsbereich

Das Prüfverfahren dient der Ermittlung des komplexen Schubmoduls G^* und des Phasenverschiebungswinkels δ mit einem Dynamischen Scher-Rheometer (DSR) in der Betriebsart Oszillation, um das rheologische Stoffverhalten unterschiedlicher Bindemittelsorten feststellen und einstufen zu können.

4.2 Geräte

Für die Durchführung der Versuche ist ein verformungskontrolliertes Dynamisches Scher-Rheometer in der Betriebsart Oszillation mit geschlossenem Wasserbad zur Temperaturregulierung des Prüffluids und automatischer Spaltanpassung zu verwenden. Die Untersuchungen sind mit einem Platte-Platte-Messsystem und Plattendurchmessern von 25 mm durchzuführen. Ferner ist ein Thermostat vorzuhalten, die Leitungen vom Thermostaten zum DSR-Gerät sollten zusätzlich mit einem Dämmmaterial ummantelt werden, damit gewährleistet ist, dass Temperaturschwankungen im Wasserbad des DSR-Gerätes ständig kleiner als $\pm 0,1$ °C sind.

Zur Aufnahme der heißen, flüssigen Bitumenproben sind Schuhcremedosen oder ähnlich kleine Behältnisse einzusetzen. Zur Homogenisierung der Proben sollten Rührstäbe aus Glas benutzt werden können.

Zur Messdatenerfassung und -auswertung muss eine Computeranlage zur Verfügung stehen, die mit dem Dynamischen Scher-Rheometer eine Einheit bildet.

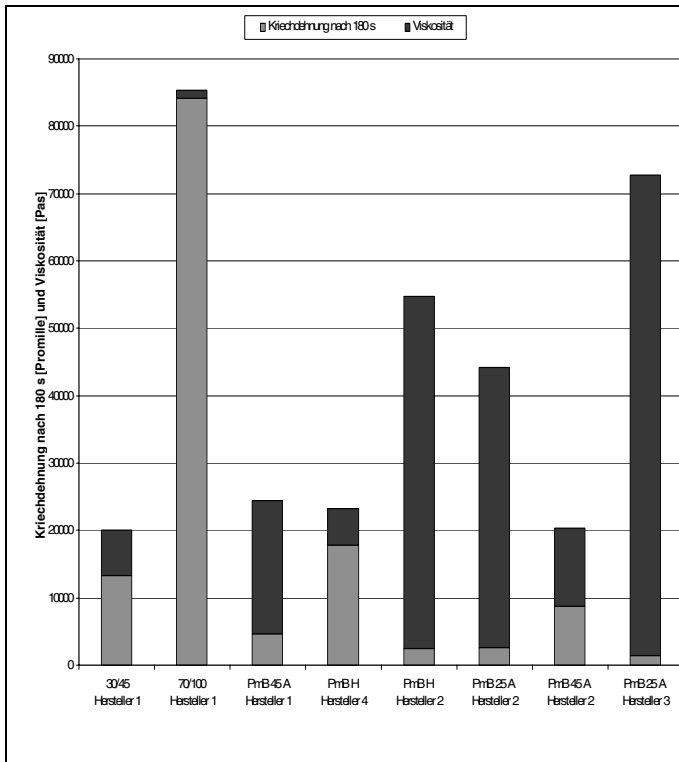


Bild 16: Kriechdehnung nach einer Kriechdauer von 180 s für alle Bindemittelsorten im nicht gealterten thermischen Beanspruchungszustand bei einer Temperatur von $T = 50\text{ °C}$ und einer Schubspannungsstufe $\tau = 500\text{ Pa}$

4.3 Probenvorbereitung

Zunächst werden polymermodifizierte Bindemittelproben einmalig im Trockenschrank bei Temperaturen zwischen $T = 180\text{ °C}$ und $T = 200\text{ °C}$ und Straßenbaubitumenproben bei Temperaturen von $T = 80\text{ °C}$ bis $T = 90\text{ °C}$ über dem zu erwartenden Erweichungspunkt Ring und Kugel der jeweiligen Bitumensorte ebenfalls einmalig erwärmt. Die Proben sind bei gleichbleibender Temperatur T durch Rühren zu homogenisieren und anschließend sind drei Schuhcremedosen mit jeweils ca. 20 g Bitumen zu befüllen. Es ist darauf zu achten, dass diese Arbeitsschritte ohne Unterbrechung und zügig durchgeführt werden.

Somit stehen für die Untersuchungen drei Einzelproben zur Verfügung, die die gleiche thermische Beanspruchung erfahren haben. Der im folgenden Abschnitt beschriebene Ablauf der Versuche ist für jede der drei Einzelproben anzuwenden.

4.4 Durchführung

Zu Beginn der Versuchsdurchführung ist das Dynamische Scher-Rheometer zu justieren, in dem die Nulleinstellung des Messspaltes bei Prüftemperatur überprüft wird. Die Anweisungen der jeweiligen Bedienungsanleitung des DSR-Gerätes sind zu berücksichtigen. Anschließend ist die obere Platte mit Stempel des Messsystems des Dynamischen Scher-Rheometers in eine Ausgangsposition zurück zu fahren, so dass das Probematerial im folgenden Ablauf auf die untere Platte des Messsystems aufgetragen werden kann.

Das jeweilige Probematerial, das sich in den bereits beschriebenen Schuhcremedosen befindet, wird ein weiteres Mal in der Weise, wie es im vorherigen Abschnitt "Probenvorbereitung"

erwähnt worden ist, erhitzt und mit Hilfe eines Rührstabes vor dem Auftragen in das Messsystem des DSR-Gerätes homogenisiert.

Nachdem die Probe homogenisiert worden ist, wird sie aus der Schuhcremedose aus einer Höhe von 2–3 cm über der unteren Platte des Messsystems des DSR-Gerätes so lange mittig auf dieselbe gegossen, bis nur noch ein Randbereich von 1–2 mm auf der unteren Platte frei bleibt.

Nach dem Auftragen der Probe auf die untere Platte des Dynamischen Scher-Rheometers wird die obere Platte mit Stempel soweit herabgefahren, dass ein Spalt zwischen den beiden Platten von ca. 1,05 mm entsteht. Dadurch wird die Probe belastet und sie entweicht seitlich.

Anschließend wird die Probe getrimmt, d. h. der überstehende Probenanteil wird mit Hilfe eines geeigneten, erwärmten Gerätes abgeschnitten. Wurde die richtige Probenmenge entfernt, entsteht beim Herunterfahren der Platte auf die genaue Spaltweite von 1,0 mm eine leichte Wölbung nach außen.

Im nächsten Schritt kann die Prüfkammer mit der Prüflüssigkeit befüllt werden. Anschließend wird die Prüftemperatur von $T_1 = 50\text{ °C}$ der Prüflüssigkeit eingestellt. Eine thermische Ausgleichszeit von 15 Minuten ist einzuhalten. Versuche haben gezeigt, dass eine längere thermische Ausgleichszeit von z. B. 30 Minuten die Ergebnisse nicht signifikant beeinflusst. Vor Beginn des Versuches ist die Eingabe der Versuchsparameter Frequenz $f = 1,59\text{ Hz}$ und Deformation $d = 6\%$ in das Auswertprogramm des computerunterstützten DSR-Gerätes unerlässlich.

Anschließend kann der Versuchsdurchlauf gestartet werden. Je Einzelprobe müssen jeweils fünf Messwerte für die rheologischen Kenndaten komplexer Schubmodul G^* und Phasenverschiebungswinkel δ vom Auswertprogramm ermittelt werden. Die Mittelwerte aus diesen fünf Einzelwerten für den Phasenverschiebungswinkel δ und den komplexen Schubmodul G^* stellen die Ergebnisse des Versuches für eine Einzelprobe dar.

4.5 Auswertung

Die jeweils drei Werte für den Phasenverschiebungswinkel δ und komplexer Schubmodul G^* der drei Einzelproben sind zu mitteln. Die Mittelwerte für G^* und δ sind als erstes Ergebnis dieses Versuches festzuhalten.

Die an den drei Einzelproben im DSR-Gerät ermittelten rheologischen Kenndaten komplexer Schubmodul G^* und Phasenverschiebungswinkel δ sind einschließlich ihres jeweiligen errechneten Mittelwertes in das beigefügte sogenannte BLACK-Diagramm (siehe Bild 6) einzutragen.

Der Phasenverschiebungswinkel δ kann auf der x-Achse, der komplexe Schubmodul G^* auf der y-Achse des Koordinatensystems abgegriffen werden.

Mit Hilfe der Grafik können die festgestellten Ergebnisse mit den entsprechenden Daten der acht Bindemittelsorten, die im Forschungsvorhaben FA 7.196 der Bundesanstalt für Straßenwesen berücksichtigt worden sind, verglichen werden. Somit kann das rheologische Stoffverhalten der untersuchten Bitumenprobe eingestuft werden.

4.6 Präzision des Verfahrens

Um genauere Angaben bzgl. der Wiederholpräzision (ein Beobachter, ein Gerät) und der Vergleichpräzision (verschiedene Beobachter, verschiedene Geräte) treffen zu können, soll noch eine Ringanalyse, an welcher mindestens zehn Laboratorien teilnehmen, durchgeführt werden.

5. Zusammenfassung/Schlussfolgerungen

Die Firma Nordlabor GmbH für bautechnische Prüfungen Pinneberg ist vom Bundesministerium für Verkehr, Bau- und Wohnungswesen mit der Bearbeitung des Forschungsvorhabens "Optimierung der versuchstechnischen Rahmenbedingungen für die Durchführung und Auswertung performance-orientierter Bitumenuntersuchungen mittels Dynamischem Scher-Rheometer" beauftragt worden.

Ziel des Projektes war es, die Prüfbedingungen für die Versuche im Dynamischem Scher-Rheometer so zu optimieren, dass besonders die häufig in Deutschland verwendeten polymermodifizierten Bindemittel differenziert und plausibel auf ihre Gebrauchseigenschaften angesprochen werden und die rheologischen Kenngrößen der Bindemittel bestimmt werden können. Denn nur durch die Kenntnis rheologischer Kenngrößen ist eine objektivere Beurteilung des rheologischen Verhaltens auch von polymermodifizierten Bindemitteln möglich.

Zu diesem Zweck wurden zunächst Oszillationsversuche an acht Original- und nach den RTFOT-Verfahren gealterten Bindemittelsorten durchgeführt. Dabei wurde die Deformation d in drei Stufen, die Frequenz f in drei Stufen und die Temperatur T in vier Stufen systematisch variiert. Somit ergaben sich bei acht unterschiedlichen Bindemittelsorten im Original- und im gealterten Zustand insgesamt 576 verschiedene Varianten der Oszillationsversuche. Wegen der Wiederholungsprüfungen ($n = 3$) verdreifachte sich die Versuchsanzahl auf insgesamt 1728 Oszillationsversuche. Anschließend wurden Kriechversuche wiederum an den gleichen acht Original- und nach dem RTFOT-Verfahren gealterten Bindemittelsorten durchgeführt, wobei die Temperatur in drei Stufen und die Schubspannung in drei Stufen systematisch variiert wurden. Somit ergaben sich insgesamt 144 verschiedene Varianten der Kriechversuche. Aufgrund der Wiederholungsprüfung ($n = 3$) verdreifachte sich die Versuchsanzahl auf insgesamt 432 Kriechversuche.

Das bei den experimentellen Untersuchungen gewonnene Datenmaterial wurde unter Anwendung mathematisch-statistischer Methoden ausgewertet. Anhand von multiplen Varianzanalysen konnten die Stärken der einzelnen Einflussgrößen qualitativ ermittelt werden, wobei die Dominanz der systematischen gegenüber den zufälligen Einflüssen als sehr hoch ermittelt worden ist. Zur Quantifizierung des Einflusses einzelner Prüfbedingungen sowie der Ermittlung etwaiger Korrelationen zwischen der im DSR-Versuch ermittelten Kennwerten und konventionellen Bindemittelkennwerten wurden multiple Regressionsanalysen gerechnet.

Aus den gewonnenen Ergebnissen konnten die Rahmenbedingungen für die Durchführung und Auswertung von Oszillations- und Kriechversuchen abgeleitet werden. Demnach sollten Oszillationsversuche bei einer Prüftemperatur von $T = 50 \text{ °C}$, einer Frequenz von $f = 1,59 \text{ Hz}$ und einer Deformation $d = 6 \%$ durchgeführt werden. Für die Kriechversuche ergaben sich die optimalsten Versuchsbedingungen bei einer Temperaturstufe von $T = 50 \text{ °C}$ und einer Schubspannungsstufe von $\tau = 500 \text{ Pa}$.

Unter Berücksichtigung der vorgeschlagenen Versuchsbedingungen konnte durch Darstellung der rheologischen Kenngrößen Phasenverschiebungswinkel δ und komplexer Schubmodul G^* in einem sogenannten BLACK-Diagramm nachgewiesen werden, dass die untersuchten acht Original- und gealterten Bindemittelsorten sich in ihrem rheologischen Verhalten recht gut von einander trennen lassen und somit eine objektivere Beurteilung des rheologischen Verhaltens der untersuchten polymermodifizierten Bindemittel möglich ist.

Für die aus Kriechversuchen ermittelten Kenngrößen konnte kein eindeutiges Kriterium zur Unterscheidung des rheologischen Verhaltens der untersuchten Bindemittelsorten ausgearbeitet werden.

