

## Entwicklung eines Prüfverfahrens zur Beurteilung des Kälteverhaltens von Bitumen

FA 7.293

Forschungsstelle: Ruhr-Universität Bochum, Lehrstuhl für Verkehrswegebau (Prof. Dr.-Ing. M. Radenberg)

Bearbeiter: Radenberg, M. / Staschkiewicz, M.

Auftraggeber: Bundesministerium für Verkehr und digitale Infrastruktur, Bonn

Abschluss: August 2019

### 1 Problemstellung und Zielsetzung

Die Untersuchungen der Bindemittleigenschaften im Rahmen von Erst- oder Kontrollprüfungen am Asphaltmischgut beschränken sich zurzeit im Wesentlichen auf die Bestimmung des Erweichungspunkts Ring und Kugel. Eine gesonderte Prüfung der Kälteeigenschaften findet, wenn nicht explizit gefordert, kaum statt. Stattdessen wird bei einer Überschreitung von festgelegten Grenzwerten des Erweichungspunkts auf eine Versprödung des Materials und damit einer negativen Veränderung der Kälteeigenschaften geschlossen. Allerdings ist dieser Rückschluss von Eigenschaften im hohen Temperaturbereich auf Tieftemperatur-eigenschaften, besonders bei modifizierten Bindemitteln, stark fehlerbehaftet.

Ziel der Arbeit war es, eine Prüfmethode zu entwickeln, die eine Charakterisierung der Bindemittleigenschaften im Tieftemperaturbereich prozesssicher und mit moderatem Prüfaufwand ermöglicht. Hierdurch wird eine verbesserte Qualitätskontrolle angestrebt, welche einen wichtigen Beitrag zur Dauerhaftigkeit von Asphaltbefestigungen darstellt. Die verwendeten Prüfgeräte sollten hierbei modern, aber an hinreichend vielen Prüfstellen vorhandenen sein.

### 2 Untersuchungsprogramm

Bei einer ersten internationalen Recherche sowie durch eigene intensive Forschungsaktivitäten konnten verschiedene Prüfverfahren gefunden werden, die den in der Aufgabenstellung festgelegten Rahmenbedingungen entsprechen. Hieraus wurden vier Methoden mit vielversprechenden Ansätzen ausgewählt:

- Kälteprüfung mit der 8 mm Platte-Platte-Geometrie bei Kriechspannungen – Scher-Relaxationsversuch (SRV),
- Kälteprüfung mit der 4 mm Platte-Platte-Geometrie (PP04),
- Zug-Relaxationsversuch (ZRV) und
- Kälteprüfung an schlanken, zylindrischen Proben – dynamisch-mechanische Thermoanalyse (DMTA).

In einem dreistufigen Untersuchungsprogramm wurde die Anwendbarkeit dieser Verfahren geprüft. Im ersten Schritt (Voruntersuchungen – UP1) wurden zehn ausgewählte Bindemittel, welche in ihrer Härte und Modifikation das gesamte Spektrum der gängigen Bindemittel für die Asphaltherstellung weitgehend abdecken, mit allen vier Prüfmethoden untersucht.

Anhand der Ergebnisse aus den Voruntersuchungen wurden anschließend in Absprache mit dem Betreuerkreis zwei besonders

geeignete Methoden ausgewählt. Hierbei handelte es sich um das Prüfverfahren mit der 4 mm Platte-Platte-Geometrie und den Scher-Relaxationsversuch nach Gehrke, (2017). Mit diesen wurden im nächsten Untersuchungspaket (Hauptuntersuchung – UP2) 40 weitere Bindemittel untersucht. Diese 40 Bindemittel enthielten unter anderem extrahierte Bindemittel aus schadhaften Asphaltdeckschichten (Kälterisse), weitere kurz- und langzeitgealterte Bindemittel sowie weitere frische Bindemittel. Mit dieser Vorgehensweise wurde eine umfassende Basis zu den Kälteeigenschaften bitumenhaltiger Bindemittel unterschiedlicher Art und Sorte sowie Beanspruchungsgrad geschaffen.

Nach Abschluss dieser umfangreichen Untersuchungen wurden im letzten Schritt (Validierung – UP3) an ausgewählten Bindemitteln vergleichende beziehungsweise validierende Prüfungen mit anderen Prüfmethoden durchgeführt. Hierzu wurde zum einen das Bending Beam Rheometer (BBR) zur Bestimmung der Biegekiechsteifigkeit bei zwei Temperaturen gemäß DIN EN 14771 und zum anderen der Zug-Retardationsversuch nach Schellenberg (ReVis) bei +5, -5, -15 und -25 °C verwendet (K. Schellenberg und H.-J. Eullitz, (1995)). Insgesamt wurden im Zuge dieses Forschungsprojekts 72 Bindemittel bezüglich ihres Kälteverhaltens untersucht. Anschließend wurden unter Betrachtung der Differenzierbarkeit der Ergebnisse, der Handhabung im Routineeinsatz und gegebenenfalls dem wissenschaftlichen Stellenwert die Vor- und Nachteile der zwei für das Hauptuntersuchungsprogramm ausgewählten Verfahren betrachtet und abschließend ein Verfahren für die zukünftige Beurteilung des Kälteverhaltens ausgewählt.

### 3 Ergebnisse und Auswertung

In Bild 1 sind beispielhaft die Ergebnisse der Untersuchungen mehrerer Alterungsstufen eines 30/45, der beiden für die Hauptuntersuchung ausgewählten Prüfverfahren dargestellt. Es wird deutlich, dass mit beiden Verfahren eine den Erwartungen entsprechende Differenzierung möglich ist.

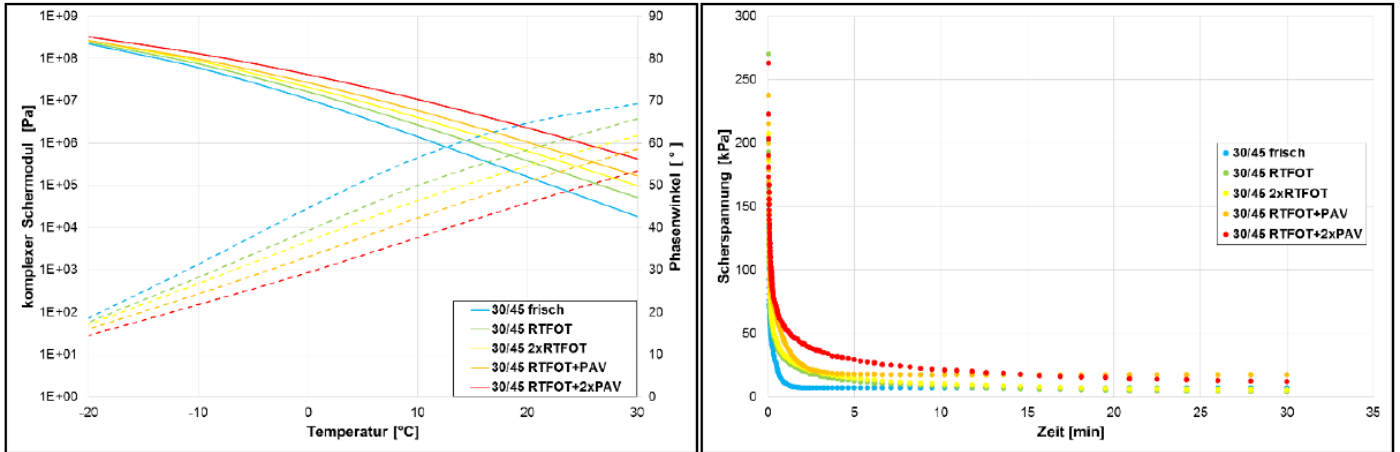
Zur Auswertung der Prüfverfahren wurden möglichst simple Kennwerte ermittelt. Bei der Untersuchung mittels PP04 wurde die Summe der Phasenwinkel von -20 bis 0 °C gewählt, hier entspricht ein hoher Wert einem guten Kälteverhalten. Beim SRV wurde die Relaxationsviskosität entwickelt, die dem Integral der Scherspannung während der Relaxationsphase entspricht, hier entspricht ein niedriger Wert einem guten Kälteverhalten. In Bild 2 und 3 sind alle 72 untersuchten Bindemittel gemäß diesen Kennwerten der Größe nach aufsteigend sortiert.

In diesem Forschungsprojekt wurde eine Datengrundlage für die beiden ausgewählten DSR-Methoden bestehend aus 72 verschiedenen Bindemitteln, die eine große Bandbreite an unterschiedlichsten Provenienzen, Sorten, Modifikationen und Alterungsarten abdecken, geschaffen. Auf Grundlage dieser Erkenntnisse besteht die Möglichkeit einer Beurteilung des Kälteverhaltens von Bitumen und modifizierten Bitumen durch die beiden verwendeten Verfahren. Dabei ist zu beachten, dass durch viele weitere Aspekte das Kälteverhalten eines Asphalts (zum Beispiel geografische Lage, Mischgutkonzept, Bindemittelvolumen, Verdichtungsgrad) beeinflusst wird, sodass eine allgemeine Gültigkeit von "scharfen Grenzen" grundsätzlich nicht

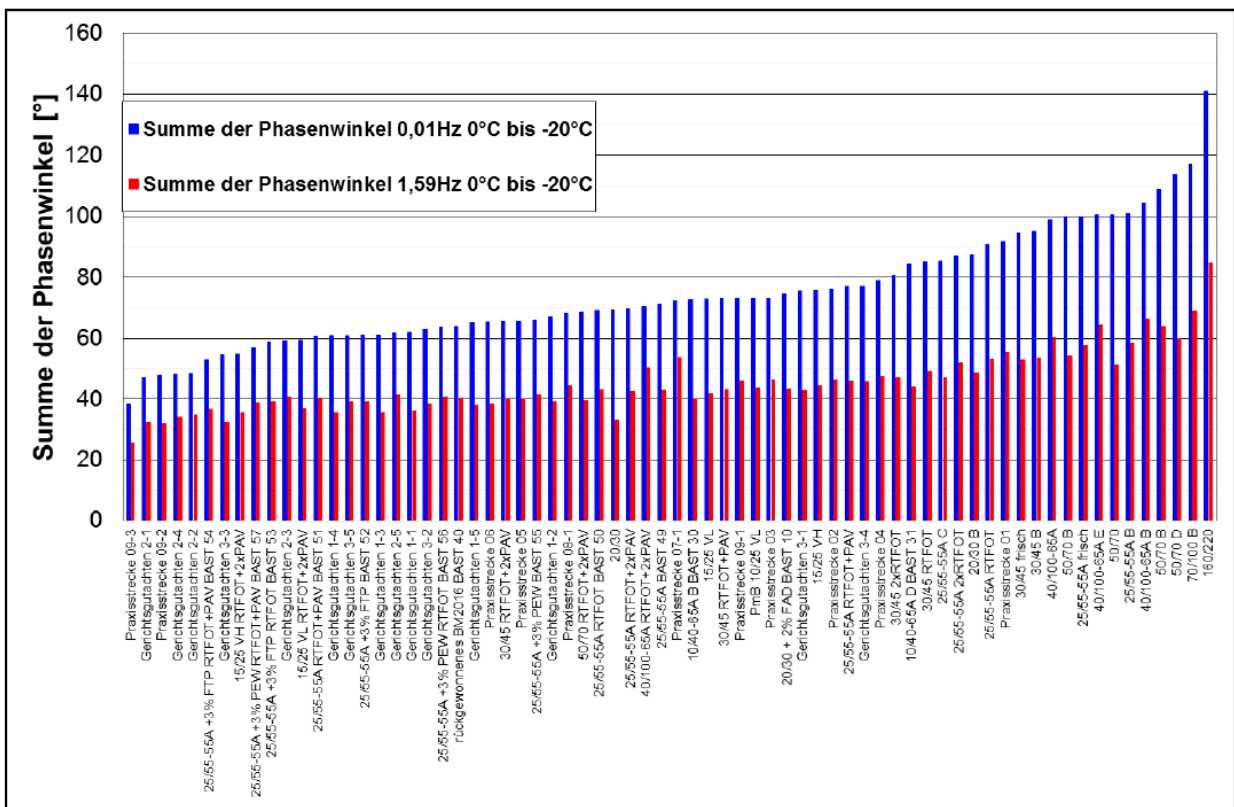
möglich ist. Daher werden auch keine Grenzwerte vorgeschlagen, sondern lediglich kritische Werte genannt, bei deren Über- ( $\delta_{Rel}$ ) beziehungsweise Unterschreitung ( $\Sigma\delta$ ) eine erhöhte Wahrscheinlichkeit der Rissbildung aufgrund der Rheologie des Bindemittels vorliegt. Beim SRV ist dies ein Wert von  $\lambda_{Rel} = 40$  MPa s und bei der Untersuchung mittels PP04 eine Summe der Phasenwinkel von  $70^\circ$ . Bei Werten von  $\lambda_{Rel} = 60$  MPa s und einer

Summe der Phasenwinkel kleiner als  $50^\circ$  ist die Wahrscheinlichkeit der Rissbildung sogar sehr hoch.

Die Ergebnisse der Validierung mit den anerkannten Methoden sind in Tabelle 1 zusammengefasst. Sie sind alle auf einem sehr hohen Niveau. Beispielhaft ist die Korrelation zwischen den Ergebnissen des SRV und des BBR in Bild 4 dargestellt.



**Bild 1:** Temperatur-Sweep bei 0,01 Hz mittels PP04 (links) und Spannungsverlauf beim SRV (rechts) des Bindemittels 30/45 mit mehreren Altersstufen



**Bild 2:** Summen der Phasenwinkel von -20 bis  $0^\circ$  C aller mit der PP04 untersuchten Bindemittel für 0,01 und 1,59 Hz aufsteigend sortiert

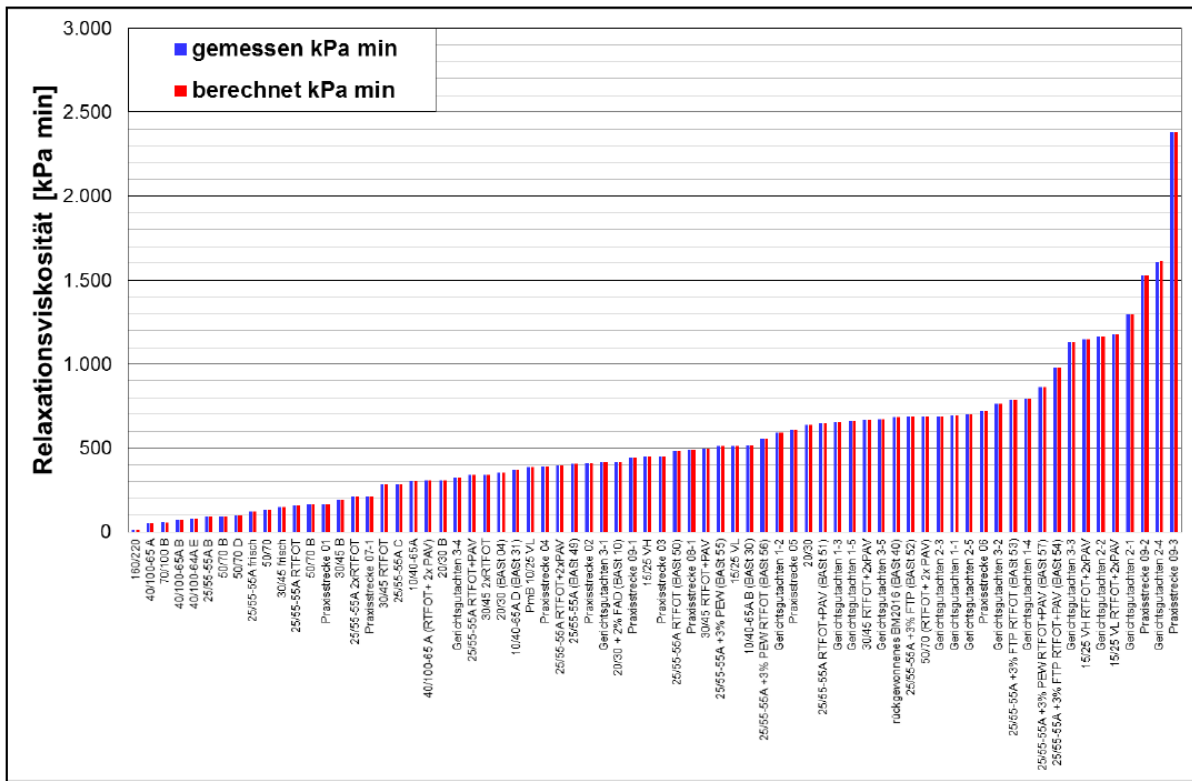


Bild 3: Relaxationsviskositäten ermittelt mit dem SRV aller untersuchten Bindemittel aufsteigend sortiert

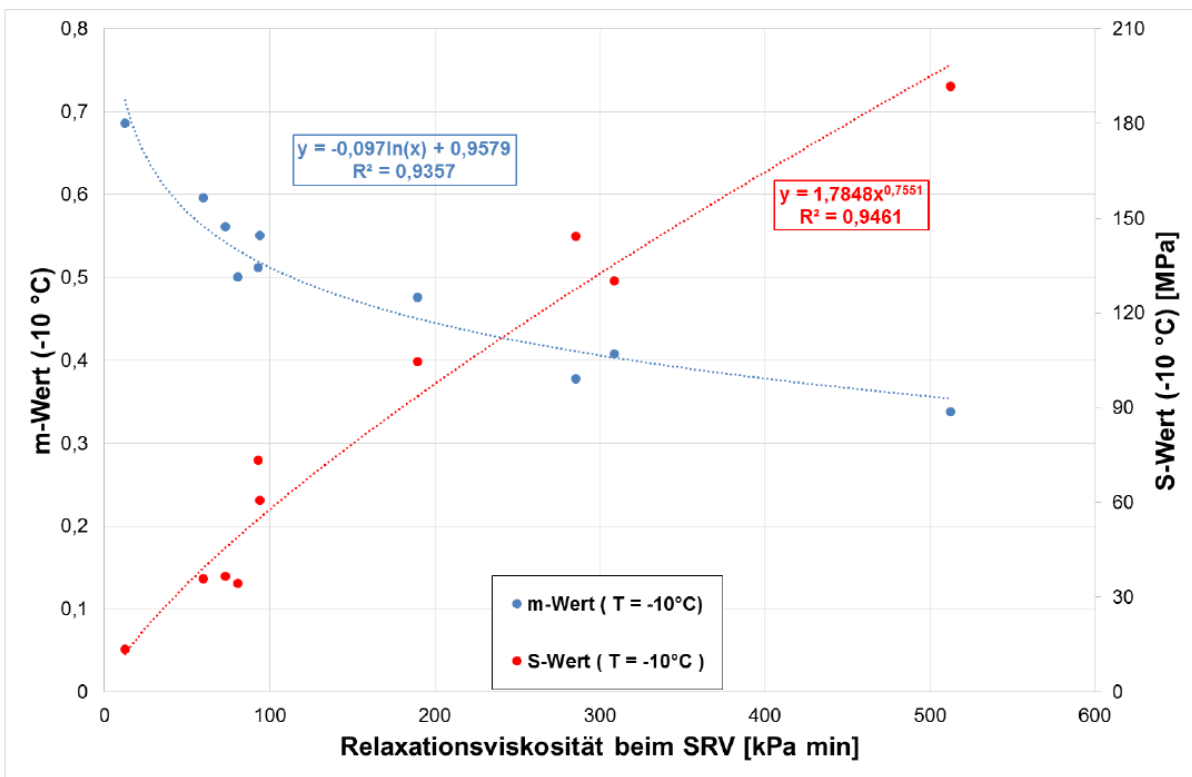


Bild 4: Korrelation zwischen dem SRV und der BBR-Untersuchung

Tabelle 1: Zusammenfassung der Korrelationen zwischen den DSR-Methoden und den anerkannten Methoden

DSR	BBR				Zug-Retardationsversuch	
	T (m = 0,3)	T (S = 300)	m (-10 °C)	S (-10 °C)	$\lambda_z$ (-10 °C)	b
$\sum \delta(-20; -10; 0)$	0,93	0,76	-	-	0,82	0,86
$\lambda_{rel} = \int_0^{30} \tau dt$	-	-	0,94	0,95	0,89	0,83

Um eine möglichst objektive und transparente Empfehlung geben zu können, ist eine große Bandbreite an Bewertungskriterien zu verwenden. Hierzu zählen neben den Korrelationen zu anerkannten Prüfmethode, die Genauigkeit und der Einfluss der Prüfenden (Handhabung), die Versuchszeit, die Gebräuchlichkeit des Messsystems sowie der wissenschaftliche Wert der Ergebnisse.

Bei der Auswertung der Ergebnisse der Validierung mit einem zweiten Prüfer wurde festgestellt, dass die Genauigkeit beider Verfahren in einem annehmbaren Bereich liegt und beide Prüfer bei beiden Verfahren das 15/25 VL als einzig kritisch zu betrachtendes Bitumen bezüglich des Kälteverhaltens ermitteln. Die Untersuchung mittels PP04 ist allerdings gemäß dieser Versuchsreihe etwas besser zu beurteilen, was überraschend ist, da die allgemeine Handhabung der Bitumenproben im Labor (Herstellung, Transport und Einbau) bei den Probekörpern mit 4 mm Durchmesser von den Prüfenden als schwieriger beurteilt wird.

Ein für den Laboralltag wichtiges Beurteilungskriterium ist die Versuchszeit. Je kürzer ein Versuch ist, desto mehr Proben können untersucht und somit auch gegebenenfalls vorhandene Fehlmessungen schneller festgestellt werden. Mit einer Versuchszeit von 7,5 h ist die Untersuchung mittels PP04 viel länger als der SRV mit 1,75 h.

Ein weiteres für die Praxis relevantes Kriterium ist, inwieweit die notwendigen Messsysteme in den Versuchslaboren vorhanden sind. Die für den SRV notwendige PP08 gehört zur Standardausstattung eines DSRs. Die PP04 dagegen ist nicht mit allen im Markt vorhandenen DSR kompatibel beziehungsweise bei älteren Modellen müssen, wie unter anderem in Di Wang et al., (2019) beschrieben, gegebenenfalls Nachgiebigkeits-Korrekturen vorgenommen werden. Somit ist aus Sicht der Praxis der SRV zu bevorzugen.

Aus wissenschaftlicher Sicht, sind die beiden Methoden gleichwertig zu beurteilen.

Auf Grundlage dieser Bewertungskriterien ist abschließend, besonders hinsichtlich der besseren Anwendbarkeit in der Praxis, der SRV dem PP04 vorzuziehen. Dies bedeutet nicht, dass die Untersuchung mittels PP04 ungeeignet ist das Kälteverhalten von Bitumen zu beurteilen. Allerdings erfüllt der SRV die vom Auftraggeber geforderten notwendigen Eigenschaften eines Prüfverfahrens zur Beurteilung des Kälteverhaltens von Bitumen besser.

#### 4 Zusammenfassung und Ausblick

Das Ziel der Arbeit war es, eine Prüfmethode zu entwickeln, die eine Charakterisierung der Bindemittleigenschaften im Tieftemperaturbereich prozesssicher und mit moderatem Prüfaufwand ermöglicht. Die verwendeten Prüfgeräte sollten hierbei modern, aber an hinreichend vielen Prüfstellen vorhanden sein.

Aufbauend auf einer internationalen Literaturrecherche wurden vier DSR-Prüfverfahren ausgewählt, die diesen Rahmenbedingungen entsprachen:

Zur Auswahl des Prüfverfahrens wurde ein dreistufiges Untersuchungsprogramm entworfen. Im ersten Schritt wurden zehn Bindemittel mit allen vier Verfahren untersucht. Auf Grundlage der Ergebnisse dieses Untersuchungspakets wurden der SRV und die Untersuchung mittels PP04 für die Hauptuntersuchungen ausgewählt.

In diesem Schritt wurden 40 weitere Bindemittel mit den beiden Prüfverfahren untersucht. Mit diesen Daten konnten erste Auswertungsmethoden entwickelt und überprüft werden.

Abschließend wurden die Ergebnisse der beiden Methoden in der Validierung unter Verwendung des BBR und des Zug-Retardationsversuchs überprüft. Im Laufe dieses Projekts wurden insgesamt 72 Bindemittel mit dem SRV und der PP04 untersucht. Die Auswertung des SRVs erfolgte mit der Relaxationsviskosität  $\lambda_{rel}$ . Zur Bewertung des Kälteverhaltens der Bindemittel mit der PP04 wurde die Summe der Phasenwinkel von -20 bis 0 °C verwendet. Die Korrelationen zu den anerkannten Verfahren lagen auf sehr hohem Niveau. Neben der Vergleichbarkeit mit bekannten Prüfmethode wurde im Zuge der Validierung auch der Einfluss des Prüfenden analysiert. Weiterhin wurden kritische Werte zur Beurteilung des Kälteverhaltens von Bitumen bestimmt und der SRV als Prüfmethode zur Beurteilung des Kälteverhaltens von Bitumen vorgeschlagen.

Auf Grundlage der Arbeit sollte ein Ringversuch mit dem SRV durchgeführt werden. Hierbei sollten neben frischen und mehrfach im Labor gealterten Bitumen auch rückgewonnene Bindemittel aus Strecken mit bekannter Liegedauer und – falls in entsprechender Menge vorhanden – auch aus Strecken mit Kälterissen rückgewonnene Bindemittel verwendet werden. Anschließend ist dann in den entsprechenden Gremien der FGSV ein Regelwerk zu erstellen, um die Prüfung des Kälteverhaltens von Bitumen als standardmäßige Kontrollprüfung einzuführen.

### 5 Literaturverzeichnis

- DIN EN 14771, August 2012: Bitumen und bitumenhaltige Bindemittel – Bestimmung der Biegekriechsteifigkeit – Biegebalkenrheometer (BBR): Beuth Verlag, Berlin.
- Wang, Di; Falchetto, Augusto Cannone; Alisov, Alexander; Schrader, Johannes; Riccardi, Chiara; Wistuba, Michael P. (2019): An Alternative experimental Method for Measuring the low Temperature rheological Properties of Asphalt Binder by using 4-mm parallel Plates on Dynamic Shear Rheometer. In: Transportation Research Record: Journal of the Transportation Research Board (3), S. 427-438.
- Gehrke, Michael (2017): Komplexe Charakterisierung bitumenhaltiger Bindemittel anhand temperatur-, frequenz-, und belastungsabhängiger Kennwerte. Dissertation. Bochum (Schriftenreihe Lehrstuhl für Verkehrswegebau, 27).
- Schellenberg, K; H.-J. Eullitz (1995): Ansprache des Fließverhaltens von Bitumen und polymermodifizierten Bitumen bei tiefen Temperaturen. Bremerhaven: Wirtschaftsverl. NW Verl. für neue Wissenschaft (Forschung – Straßenbau und Straßenverkehrstechnik, 695).