

Weiterentwicklung der Prüfung der Kraftduktilität von Polymermodifizierten Bindemitteln und von modifizierten Bindemitteln aus Bitumenemulsionen

FA 7.220

Forschungsstelle: RWTH Aachen, Institut für Straßenwesen
(Prof. Dr.-Ing. habil. M. Oeser)

Bearbeiter: Oeser, M. / Steinauer, B. / Scharnigg, K.

Auftraggeber: Bundesministerium für Verkehr, Bau und
Stadtentwicklung, Bonn

Abschluss: März 2013

1 Problemstellung und Zielsetzung

Die bisherigen in den Technischen Lieferbedingungen für gebrauchsfertige polymermodifizierte Bitumen (TL PmB) [1] gestellten vorläufigen Anforderungswerte hinsichtlich der Formänderungsarbeit bei der Kraftduktilitätsprüfung sollten der Beurteilung der Qualität des Polymermodifizierten Bitumens dienen. Allerdings zeigte sich, dass die angegebene Formänderungsarbeit bis zur Mindestduktilität von den auf dem Markt verfügbaren polymermodifizierten Bitumen (PmB) nicht generell eingehalten werden konnte.

In der derzeitigen Fassung der DIN EN 14023 [2], der Anforderungsnorm für die PmB, werden neben den Parametern, die das Prüfverfahren betreffen (Probekörperform, Prüftemperatur), auch Änderungen bezüglich der Versuchsauswertung sowie der Anforderungswerte gegenüber dem bisherigen Verfahren in Anlehnung an die DIN 52013 [17] beziehungsweise dem bisher vorliegenden Bewertungshintergrund der TL PmB [1] vorgenommen. Damit kann auch nicht auf die bisherigen Ergebnisse und Erfahrungen, die bei der Kraftduktilitätsprüfung in Anlehnung an die DIN 52013 [17] gesammelt wurden, aufgebaut werden. In den TL Bitumen-StB 07 [16] werden für die verschiedenen Sorten der elastomermodifizierten Bitumen Anforderungswerte in Bezug zur Prüftemperatur definiert. Die Prüftemperatur liegt dabei in Abhängigkeit von der Viskosität des Bindemittels zwischen 0 und 10 °C. Die Kraftduktilitätsprüfung ist allerdings kein zusätzliches Prüfverfahren wie in [1], sondern ein verpflichtendes Prüfverfahren und die erfassten Werte dienen demzufolge nicht mehr der Erfahrungssammlung, sondern sind Anforderungswerte, die von den elastomermodifizierten Bitumen einzuhalten sind.

Des Weiteren wurden auch in der DIN EN 13808 [3], der Anforderungsnorm für die kationischen Bitumenemulsionen, erstmalig Anforderungswerte für die Kohäsion der verwendeten modifizierten Bitumen festgelegt. Die Kohäsion kann dabei entweder durch die Pendelprüfung nach DIN EN 13588 [4], durch den Zugversuch nach DIN EN 13587 [5] oder durch die Kraftduktilitätsprüfung nach DIN EN 13589 [6] ermittelt werden. Die Angabe der Kohäsionsenergie erfolgt dabei gemäß [3] und [19] jeweils entsprechend der Anforderungen der jeweiligen Norm. Bei der Kraftduktilitätsprüfung gemäß [6] beträgt die Prüftemperatur standardmäßig 5 °C, kann aber auch bei weichen bitumenhaltigen Bindemitteln bei niedrigeren Temperaturen (zum Beispiel 0 °C) durchgeführt werden. Demzufolge werden für die Bitumenemulsionen in den TL BE-StB 07 [19] anders als für die elastomermodifizierten Bitumen in den TL Bitumen-StB 07 [16] nur Anforderungen an die Formänderungsarbeit ohne direkte Vorgabe der Prüftemperatur formuliert. Bisher waren in den nationalen Anforderungsdokumenten von Deutschland für Bitumenemulsionen die Ermittlung beziehungsweise Beurteilung der Kohäsion nicht vorgesehen.

derungsdokumenten von Deutschland für Bitumenemulsionen die Ermittlung beziehungsweise Beurteilung der Kohäsion nicht vorgesehen.

Aufgrund der Veränderung der verschiedenen Parameter (Probekörperform, Prüftemperatur) bei der Kraftduktilitätsprüfung und der Änderungen bei der Ermittlung der Formänderungsarbeit gegenüber den in Deutschland bisher angewendeten Verfahren bei elastomermodifizierten Bitumen sowie der Einführung von Anforderungswerten für Bitumenemulsionen wurden bei diesem Forschungsprojekt die verschiedenen Einflussparameter (Temperatur, Ziehgeschwindigkeit, Probekörperform) bei der Kraftduktilitätsprüfung sowie die anschließende Versuchsauswertung eingehend sowohl für marktübliche PmB als auch für aus Bitumenemulsionen rückgewonnene modifizierte Bitumen untersucht.

Hinsichtlich der modifizierten Bitumenemulsionen wurden in diesem Projekt auch die Art der Bitumenrückgewinnung gemäß DIN EN 13074 [7] sowie die dabei resultierenden Bitumenmengen näher betrachtet und Vorschläge für Ergänzungen der Norm gemacht.

2 Forschungsvorhaben

Im Rahmen des Projekts wurden vor dem Hintergrund der nationalen und europäischen Entwicklungen (zum Beispiel Europäische Normung etc.) neben den Randbedingungen für die Kraftduktilitätsprüfung auch die Auswertung der dabei erfassten Daten genauer betrachtet sowie praxisrelevante Parameter bezüglich der Versuchsdurchführung und -auswertung ermittelt. Ebenso wurde auch versucht, den gesamten Verlauf der Kraftduktilitätskurve sowie gegebenenfalls auch die Gestalt der Kurve in die Auswertung mit einzubeziehen und nicht nur, wie bisher, punktuelle Werte beziehungsweise einzelne feste Bereiche.

Durch diese angepasste Auswertesystematik kann eine Möglichkeit geschaffen werden, das Gebrauchsverhalten der polymermodifizierten Bitumen (PmB) sowie der modifizierten Bitumen aus Bitumenemulsionen besser zu beurteilen.

3 Prüfverfahren

3.1 Allgemeines

In diesem Abschnitt werden die beiden Prüfverfahren, die im Rahmen dieses Projekts im Mittelpunkt stehen, genauer vorgestellt. Dies ist neben der Kraftduktilitätsprüfung nach DIN EN 13589 [6] (Kapitel 3.2) auch die Rückgewinnung von Bitumen aus Bitumenemulsionen nach DIN EN 13074 [7] (Kapitel 3.3).

3.2 Kraftduktilitätsprüfung

Die Durchführung der Kraftduktilitätsprüfung ist in der DIN EN 13589 [6] beschrieben, während die Auswertung – Berechnung der Formänderungsarbeit – nach der DIN EN 13703 [9] zu erfolgen hat.

Bei dieser Prüfung wird ein Prüfkörper aus Bitumen in einem thermostatisch geregelten Wasserbad mit einer konstanten Geschwindigkeit bis zu einer Dehnung des Probekörpers von

400 mm beziehungsweise 1333 % gedehnt und dabei die auftretenden Kräfte in Abhängigkeit vom Dehnweg aufgezeichnet.

Gemäß der DIN EN 13589 [6] haben die Prüfung sowie Berechnung der Formänderungsarbeit nach DIN EN 13703 [9] an mindestens drei Probekörpern zu erfolgen, bei deren Prüfung es keine besonderen Vorkommnisse (zum Beispiel vorzeitiger Probenriss infolge Sprödbbruch) gegeben hat.

Die Kraftduktilitätsprüfung kann zum Beispiel für die Beurteilung der kohäsiven Eigenschaften von Bitumenprodukten eingesetzt werden. Gleichwohl eignet sich dieser Versuch auch, um zum Beispiel den Widerstand des Bindemittels sowie des später daraus hergestellten Asphalts gegenüber Rissbildung zu beurteilen.

In verschiedenen Untersuchungen [13] wurde ein Zusammenhang zwischen der auftretenden Maximalkraft bei der Kraftduktilitätsprüfung und den bei der Nadelpenetration gemessenen Werten festgestellt. Des Weiteren ist möglich, aus dem Verlauf der Kurven qualitativ auf die eingesetzten Polymere (Art, Verteilung, Menge und Netzwerk) zu schließen.

Die Probekörperform (siehe Bild 1) besteht aus vier Teilen sowie einer Grundplatte, die beiden Seitenteile werden bei der Prüfung entfernt, die beiden Kopfteile verbleiben an der Probe und stellen somit die Verbindung zwischen dem Prüfgerät und der Bitumenprobe dar. Im Gegensatz zu den bisher in Deutschland üblicherweise (zum Beispiel für die elastische Rückstellung) verwendeten Formen mit einem verjüngten Steg verfügen die Formen nach DIN EN 13589 [6] über einen Steg mit konstantem Querschnitt.

Vor der Prüfung sind die Innenseiten der Seitenteile der Formen und die Grundplatte mit Trennmittel so zu beschichten, dass ein Ankleben des Bitumens an der Form vermieden wird. In die so vorbereiteten Probekörper ist eine ausreichende Menge von erwärmtem und homogenisiertem Bitumen so zu füllen, dass sich an der Oberseite ein konvexer Meniskus bildet. Anschließend sind die Proben für ca. 1 Stunde bei Raumtemperatur zu lagern und danach das überschüssige Probenmaterial mit einem Messer so zu entfernen, dass das Bitumen mit der Oberkante der Prüfform abschließt. Im Anschluss daran sind die Proben für 90 ± 10 Minuten im Wasserbad bei der gewählten Prüftemperatur zu temperieren.

Die Prüftemperatur beträgt nach DIN EN 13589 [6] im Allgemeinen $5 \pm 0,5$ °C. Falls während der Prüfung an den Proben ein Sprödbbruch auftritt, ist die Prüftemperatur jeweils in Schritten von 5 K zu erhöhen und die Prüfung zu wiederholen, bis kein Sprödbbruch mehr auftritt. Als Sprödbbruch wird nach DIN EN 13589 [6] ein Bruch bei einer Dehnung von < 400 mm beziehungsweise 1333 % bezeichnet. Nach der DIN EN 13589 [6] kann die Prüfung von weichen bitumenhaltigen Bindemitteln auch bei niedrigeren Temperaturen als 5 °C (zum Beispiel 0 °C) und bei harten polymermodifizierten Bitumen sollte sie bei 10 °C oder sogar 15 °C durchgeführt werden. In den TL Bitumen-StB [16] sind diese Empfehlungen bereits umgesetzt, sodass den jeweiligen Bitumensorten Prüftemperaturen, bei denen die Anforderungen erfüllt werden müssen, zugeordnet wurden.

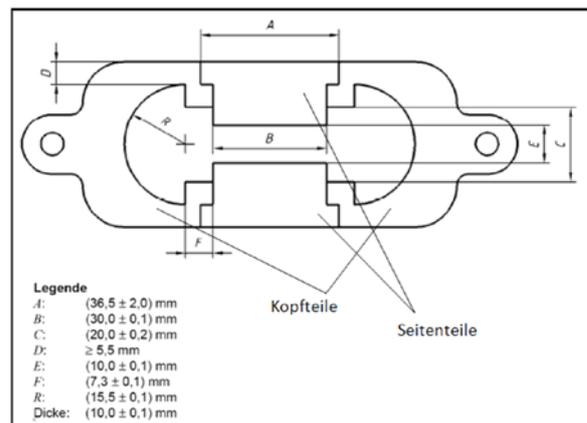


Bild 1: Probekörperform für die Kraftduktilitätsprüfung gemäß DIN EN 13589 (nach [6])

Nach Beendigung der Temperierung ist die Grundplatte zu entfernen, die Form mit den beiden Kopfteilen so in das Gerät einzubauen, dass eine Verbindung zwischen dem Probekörper und dem Prüfgerät besteht und die beiden Seitenteile zu entfernen. Im Anschluss daran sind die Proben bei konstanter Prüftemperatur mit einer Geschwindigkeit von $50 \pm 2,5$ mm/min bis zu einer Dehnung von mindestens 1333 % (Dehnweg = 400 mm) auszuziehen.

Es ist die Prüfung an jeweils mindestens drei Probekörpern durchzuführen. Gemäß der DIN EN 13589 [6] sollte die Prüfung "Probe für Probe" durchgeführt werden. Nach der Anmerkung in der Norm ist auch die gleichzeitige Prüfung von mehreren Proben zulässig, sofern das Prüfgerät es zulässt.

Die Berechnung der Formänderungsarbeit erfolgt in der DIN EN 13703 [9]. Die Formänderungsarbeit (E_i) wird dabei unter Verwendung der aufgezeichneten Kurvenverläufe durch Berechnung der Fläche bestimmt.

Diese flächenbezogene Ausgangsarbeit (E_i) wird als Quotient der Formänderungsarbeit und der Anfangsquerschnittsfläche des Probekörpers berechnet. Für das Kraftduktilitätsverfahren ist als Ergebnis die Differenz der flächenbezogenen Ausgangsarbeit zwischen zwei Dehnungspunkten (0,2 und 0,4 m) anzugeben. Auch hierbei ist das Ergebnis als Mittelwert aus drei Einzelproben zu berechnen.

3.3 Rückgewinnung von Bitumen aus den Bitumenemulsionen

Die Rückgewinnung der modifizierten Bitumen aus den Bitumenemulsionen erfolgte gemäß der DIN EN 13074 [7] sowie einem neueren Entwurf dieser Norm [15].

Gemäß der Norm [7] erfolgte die Rückgewinnung des Bitumens aus der Emulsion durch Verdunstung des Emulsionswassers. Dazu wird die Emulsion in einer Menge von 1,5 bis 2,0 kg/m² auf einen nicht haftenden Bogen (Abmessungen: ca. 50 x 50 cm²) gegossen und anschließend für 24 ± 1 Stunde unter Laborbedingungen bei Umgebungstemperatur sowie weiteren 24 ± 1 Stunde in einem Wärmeschrank bei einer Temperatur von 50 ± 2 °C gelagert. Anschließend wird das Bindemittel von dem Bogen getrennt und kann für die weiteren Prüfungen verwendet werden.

Bei Rückgewinnung nach [7] kann bei einer Fläche von 50 x 50 cm², einer aufzutragenden Menge der Bitumenemulsion von 1,5 bis 2,0 kg/m² und einem angenommenen Bindemittelgehalt der Emulsion von 60 % von einer rückgewonnenen Bitumenmenge von 225 bis 300 g ausgegangen werden. Mit dieser Menge können ca. sechs Probekörper für die Kraftduktilitätsprüfung hergestellt werden.

Nach der neueren Fassung der Norm [15] werden ergänzende Angaben bezüglich der Verwendung eines Blechs mit einer Kantenhöhe von maximal 25 mm und einer minimalen Kantenlänge von 25 cm gemacht, das entweder aus nicht haftendem Material hergestellt ist oder mit nicht haftenden Bögen ausgelegt wird. Der Emulsionsrückstand soll nach der Verdunstung des Wassers ca. 1,0 kg/m² betragen. Das bedeutet, dass abweichend von [7] die rückgewonnene Bitumenmenge unabhängig von dem Bitumengehalt der Emulsion immer gleich ist. Somit ist nur die vorher aufzubringende Menge der Emulsion in Abhängigkeit von der Fläche und dem Bitumengehalt zu berechnen.

4 Untersuchungsplan/Vorgehen

4.1 Allgemeines

Im Rahmen des Projekts war ein möglichst großes Spektrum der marktüblichen polymermodifizierten Bitumen sowie der modifizierten Bitumenemulsionen zu untersuchen, um die gesamte Bandbreite der auf dem Markt befindlichen Produkte abzudecken. Neben der Weiterentwicklung der Kraftduktilitätsprüfung zur Beurteilung der kohäsiven Eigenschaften von Bitumenprodukten wurde auch die Rückgewinnung der modifizierten Bitumen aus den Bitumenemulsionen durch Verdunstung nach DIN EN 13074 [7] beziehungsweise deren Entwurf [15] näher untersucht.

Bei der Kraftduktilitätsprüfung sollte durch die Variation von verschiedenen Prüfparametern (Temperatur, Probekörperform, Ziehgeschwindigkeit) sowie unterschiedlichen Auswertalgorithmen die Beurteilung und die Aussagekraft der Ergebnisse verbessert werden.

Bei der Rückgewinnung der modifizierten Bitumen aus den Bitumenemulsionen standen hauptsächlich die Beurteilung der Durchführbarkeit im Laboratorium, die Überprüfung der Angaben in der Norm sowie die erzielbaren Probemengen für die weiteren Versuchsreihen im Vordergrund.

Zusätzlich wurden im Rahmen des Projekts, in Abstimmung mit dem Betreuerkreis, Untersuchungen zum Einfluss der Kurzzeitalterung (RTFOT¹-Verfahren¹) und anschließende Kraftduktilitätsprüfung unter Berücksichtigung der Parameter (Temperatur, Probekörperform, Ziehgeschwindigkeit), die auch bei den Hauptversuchen verwendet wurden, an vier ausgewählten polymermodifizierten Bitumen sowie vergleichende Kraftduktilitätsprüfungen an acht verschiedenen Standardbitumen (unterschiedliche Viskosität und Hersteller) durchgeführt. Diese Prüfungen werden im Folgenden als ergänzende Untersuchungen bezeichnet.

Die Festlegung der vier polymermodifizierten Bitumen für die Untersuchung des Einflusses der Kurzzeitalterung erfolgte in Abhängigkeit von den Ergebnissen der Hauptversuche. Dabei

sollten möglichst Bitumen gleicher Sorte, aber unterschiedlichem Verlauf der Kraftduktilitätskurve näher betrachtet werden.

Zusätzlich wurden an zwölf ausgewählten Proben auch chemisch-strukturelle Untersuchungen mittels Gelpermeationschromatografie (GPC-Untersuchungen) durchgeführt, um die Molmassenverteilung einiger polymermodifizierter Bitumen sowohl im unbeanspruchten Zustand als auch nach Kurzzeitalterung zu bestimmen. Hierdurch sind auch Vergleiche zwischen den Ergebnissen der Kraftduktilitätsprüfungen und der Molmassenverteilungen der einzelnen betrachteten Bitumen möglich. Die Auswahl der Proben für die GPC-Untersuchungen erfolgte ähnlich wie bei den ausgewählten Proben für die die Kurzzeitalterung anhand der Ergebnisse in den Hauptversuchen.

4.2 Auswahl der Bitumen und der Bitumenemulsionen

Um eine möglichst breite Abdeckung der in der Praxis eingesetzten PmB und modifizierten Bitumenemulsionen zu gewährleisten, wurden insgesamt 35 polymermodifizierte Bitumen beziehungsweise modifizierte Bitumen aus Bitumenemulsionen in die Untersuchung einbezogen. Von diesen 35 unterschiedlichen Bitumen sind 22 polymermodifizierte Bitumen von sechs unterschiedlichen Herstellern, wobei neben den hauptsächlich in der Praxis eingesetzten elastomermodifizierten Bitumen (Typ A und H) auch ein plastomermodifiziertes Bitumen (Typ C) bei den Untersuchungen berücksichtigt wurde. In der Tabelle 1 sind sowohl die verschiedenen Sorten, die Anzahl der Produkte von der jeweiligen Sorte als auch die im Rahmen des Projekts verwendeten Bezeichnungen der polymermodifizierten Bitumen zusammengestellt.

Tabelle 1: Auswahl der polymermodifizierten Bitumen

Sorten	Anzahl der Bitumen/ Bezeichnungen der Bitumen
PmB 25A (10/40-65A)	3- PmB 1, PmB 7, PmB 12
PmB 45A (25/55-55A)	5- PmB 2, PmB 8, PmB 13, PmB 17, PmB 20
PmB 65A (45/80-50A)	3- PmB 3, PmB 9, PmB 14
PmB 130A (120/200-40A)	2- PmB 15, PmB 18,
PmB 40/100-65H	5- PmB 6, PmB 11, PmB 16, PmB 19, PmB 21
PmB 45A – Niedrigviskositätsbitumen / reduzierte Anwendungstemperaturen – basierend auf einem PmB 45A	2- PmB 5, PmB 10
Bitumen für den Einsatz in Asphalt unter Verwendung von Asphaltgranulat – basierend auf einem PmB 45A	1- PmB 4
Plastomermodifiziertes Bitumen, vgl. mit PmB 45C (25/55-55C)	1- PmB 22

Die verbleibenden 13 der 35 zu untersuchenden Bitumen wurden aus den modifizierten Bitumenemulsionen zurückgewonnen. Auch hierbei wurde ein möglichst breites Spektrum der in der Praxis eingesetzten Emulsionen abgedeckt. In der Tabelle 2 sind sowohl die unterschiedlichen Sorten, die Anzahl der Produkte von der jeweiligen Sorte als auch die im Rahmen des Projekts verwendeten Bezeichnungen der modifizierten Bitumen der Bitumenemulsionen enthalten.

Die Bestellung und Lieferung der im Rahmen dieses Projekts verwendeten bitumenhaltigen Bindemittel erfolgte vor der Ver-

¹ RTFOT – Rolling Thin Film Oven Test (DIN EN 12607-1)

öffentlichung der TP Bitumen-StB 07 [16] sowie TL BE-StB 07 [19] und somit nach TL PmB [1] sowie den TLPmOB [28] beziehungsweise den TL PmBE-DSK [29]. Aus diesem Grund erfolgt die Bezeichnung der Sorten in den Tabelle 1 und Tabelle 2 noch nach den zum Zeitpunkt der Bestellung gültigen Lieferbedingungen. Nur bei den polymermodifizierten Bitumen in Tabelle 1 werden ergänzend zu den "alten" auch die "neuen" Bezeichnungen gemäß TL Bitumen-StB 07 in Klammern angegeben. Aufgrund dessen, dass der Lieferzeitpunkt der Bitumenprodukte vor der Einführung der neuen Regelwerke lag, müssen die Produkte nicht zwangsläufig auch die Anforderungen der derzeit aktuellen Regelwerke [16] und [19] hinsichtlich aller zu prüfenden Eigenschaften erfüllen.

Tabelle 2: Auswahl der modifizierten Bitumenemulsionen

Sorten	Anzahl der Emulsionen/ Bezeichnungen der Emulsionen
U 60 K C 1	3- PmOB 7, PmOB 12, PmOB 15
U 60 K C 2	4- PmOB 2, PmOB 8, PmOB 13, PmOB 16
U 70 K C 1	3- PmOB 9, PmOB 14, PmOB 17
U 70 K C 2	1- PmOB 10
U 70 K C 1 (VF)	2- PmOB 11, PmOB 18
VF – "vegetable fluxed" (zum Beispiel Verwendung von Rapsöl)	

4.3 Kraftduktilitätsprüfung – Variation der Prüfbedingungen

Im Rahmen des Projekts war vorgesehen, ausgehend von den Prüfbedingungen der DIN EN 13589 [6], einige Variationen der Prüfparameter, wie beispielsweise Temperatur, Probekörperform und Ziehgeschwindigkeit, vorzunehmen.

Der Prüfparameter Temperatur wurde dreifach, beginnend mit einer Prüftemperatur von 5 °C gemäß DIN EN 13589 [6] und anschließender Erhöhung um 5 K beziehungsweise 10 K, variiert. Somit betragen die untersuchten Prüftemperaturen 5, 10 und 15 °C. Diese stufenweise Erhöhung der Temperatur in Schritten von 5 K ist auch in der europäischen Norm vorgesehen. Allerdings nur, wenn bei der niedrigen Temperatur ein Spröbruch der Bitumenproben bei der Prüfung auftritt. Dabei wird in der Norm davon ausgegangen, dass bei 10 °C im Allgemeinen auch bei den harten PmB kein Spröbruch mehr auftritt. In den TL Bitumen-StB [16] ist für die meisten Bitumen (PmB 45A (25/55-55A), PmB 65A (45/80-50A) und PmB 40/100-65A (40/100-65A)) die Prüfung bei 5 °C vorgesehen, das PmB 130A (120/200-40A) sollte allerdings bei 0 °C und das PmB 25A (10/40-65A) bei 10 °C geprüft werden. Gemäß der DIN 52013 [17] erfolgt die Prüfung der Duktilität bei 7 beziehungsweise 13 °C in Abhängigkeit vom Bindemittel, nur das PmB 25A wird bei einer Temperatur von 25 °C geprüft. Diese Temperaturen finden im Rahmen dieses Projekts aufgrund der starken Anlehnung an die Europäische Normung (DIN EN 13589 [6]), vor allem hinsichtlich der Temperierung, keine Berücksichtigung.

Im Rahmen dieses Projekts wurde neben der Form zur Prüfung der Kraftduktilität nach DIN EN 13589 [6] mit geradem Steg auch die Form, die zur Prüfung der elastischen Rückstellung von Bitumen nach DIN EN 13398 [8] verwendet wird, mit dem verjüngten Querschnitt eingesetzt. Der Grund in der Verwendung der beiden unterschiedlichen Formen ist darin zu sehen, dass in Deutschland die Prüfung der Kraftduktilität bisher stets mit der Form mit dem verjüngten Querschnitt, wenn auch mit anderen Prüf-

temperaturen als in der Europäischen Norm, durchgeführt wurde und somit entsprechende Erfahrung vorhanden ist sowie andererseits in der Verwendung möglichst einer einzigen Probenform für die verschiedenen Prüfungen. Des Weiteren sind beide Probekörperformen auch derzeit noch in den Europäischen Normen sowohl für die Prüfung von polymermodifizierten Bitumen als auch in Bitumenemulsionen enthalten.

Neben der Variation der Prüftemperatur und der Probekörperform wurde auch die Ziehgeschwindigkeit zweifach variiert. Dabei wurden ausgehend von der normkonformen Ziehgeschwindigkeit von 50 mm/min die Prüfungen auch mit einer Geschwindigkeit von 25 mm/min durchgeführt, weil dadurch erwartet wurde, dass trotz einer niedrigen Prüftemperatur von 5 °C die Bitumen bei der geringeren Ziehgeschwindigkeit keinen Spröbruch zeigen, der bei den härteren Bitumen bei einer Prüftemperatur von 5 °C im Allgemeinen auftritt. In aus der Literatur bekannten Untersuchungen [10] wurde auf eine Veränderung der Zuggeschwindigkeit mit der Begründung der gerätetechnischen Machbarkeit immer verzichtet, weil man davon ausgegangen ist, dass die meisten Prüfgeräte nicht in der Lage sind, die Ziehgeschwindigkeit zu verändern. Im Rahmen dieses Projekts wurde vorab in einer kleinen Umfrage bei Universitäten und Prüflaboratorien die Veränderbarkeit der Ziehgeschwindigkeit einschließlich des möglichen Bereichs abgefragt. Von den zehn befragten Institutionen konnte bei neun die Ziehgeschwindigkeit verändert werden (stufenlos oder in Stufen). Nur ein Gerät bot keine Möglichkeit, die Ziehgeschwindigkeit zu verändern. Auch die aktuell angebotenen Geräte verschiedener Hersteller sind in der Lage, die Ziehgeschwindigkeit stufenlos zu variieren. Die Untersuchungen wurden aus diesem Grund mit den beiden Prüfgeschwindigkeiten – 50 mm/min und 25 mm/min – durchgeführt.

4.4 Voruntersuchungen

Im Rahmen der Voruntersuchungen wurden von den vorhandenen (polymer-)modifizierten Bitumen sowie den aus den Bitumenemulsionen rückgewonnenen modifizierten Bitumen die Kennwerte, wie

- Nadelpenetration
- Erweichungspunkt Ring & Kugel
- Brechpunkt nach Fraaß
- Elastische Rückstellung (25 °C)
- Dichte Komplexer Schubmodul und Phasenverschiebungswinkel (30 und 90 °C)
- Nullscherviskosität (60 °C) – nur an PmB

bestimmt.

Des Weiteren wurden auch Untersuchungen zur Rückgewinnung der modifizierten Bitumen aus den Bitumenemulsionen durchgeführt sowie einige Vorversuche hinsichtlich der Überprüfung des Einflusses unterschiedlicher Prüfparameter bei der Kraftduktilitätsprüfung, wie Lagerungsdauer der Proben an der Luft und im Wasser, Einfluss der vorhandenen Kraftmessdosen auf die Maximalkraft sowie auf die Ergebnisse der Kraftduktilitätsprüfung, durchgeführt. Zusätzlich wurde neben der Genauigkeit der Abmessungen der Probekörperformen auch die Genau-

igkeit der Zuggeschwindigkeit des Kraftduktilmeters im Rahmen der Vorversuche überprüft.

4.5 Rückgewinnung bei modifizierten Bitumenemulsionen

Von den modifizierten Bitumenemulsionen wurden insgesamt 13 Produkte von drei verschiedenen Herstellern und fünf verschiedene Sorten untersucht. Die Rückgewinnung der modifizierten Bitumen aus der Bitumenemulsion erfolgte durch Verdunstung nach DIN EN 13074 [7] sowie nach einem neueren Entwurf dieser Norm [15].

Dazu wurden Bleche (Abmessungen: 40 x 60 cm²) mit einem Bogen aus nicht haftendem Papier ausgelegt und anschließend die entsprechende Menge an Bitumenemulsion aufgegossen und verteilt, sodass der Emulsionsrückstand nach der Verdunstung ca. 1 kg/m² gemäß [15] betrug. Bei der Emulsion U 60 K C2 ergibt sich somit eine Menge der aufzugießenden Emulsion von ca. 400 g bei einer Fläche von 40 x 60 cm².

Anschließend wurden die Bleche für 24 Stunden im Labor bei Umgebungstemperatur von ca. 20 °C gelagert und danach für weitere 24 Stunden im Laborofen bei 50 °C und Frischluftbetrieb.

Bereits bei der Lagerung an der Luft war nach einigen Stunden festzustellen, dass schon ein Großteil des Wassers verdunstet war. Nach Lagerung im Laborofen wurden die Bleche auf Raumtemperatur abgekühlt und anschließend für kurze Zeit in einen Kühlschrank gelegt, dadurch ließ sich der Emulsionsrückstand leichter von den nicht haftenden Bögen lösen.

Die Rückgewinnung des modifizierten Bitumens erfolgte jeweils gleichzeitig auf drei Blechen. Der Emulsionsrückstand wurde, wie die polymermodifizierten Bitumen, ebenfalls in verschlossene Dosen für die weiteren Untersuchungen verpackt. Von den drei Blechen konnten sechs Dosen mit dem Emulsionsrückstand, allerdings nur mit jeweils ca. 150 g (netto), gefüllt werden. Um ausreichend Material des modifizierten Bitumens (Emulsionsrückstand) für die weiteren Prüfungen zu haben, wurde die Rückgewinnung des modifizierten Bitumens jeweils in drei Chargen durchgeführt.

In [15] ist ein Erwärmen des Emulsionsrückstands, zur Vorbereitung für die weiteren Prüfungen, auf 80 bis 100 K oberhalb des erwarteten Erweichungspunkts Ring und Kugel zulässig, während gemäß [7] das Bitumen zur Vorbereitung für die weiteren Prüfungen auf nicht mehr als 50 °C erwärmt werden sollte, um ein Entweichen von Fluxmittel oder sonstigen Substanzen zu vermeiden. Das in [15] beschriebene Erwärmen des Emulsionsrückstands auf 80 bis 100 K oberhalb des erwarteten Erweichungspunktes Ring und Kugel des Emulsionsrückstands ist im Laborbetrieb praktikabler als die Weiterverarbeitung des Rückstandes bei Temperaturen bis 50 °C, da bei 50 °C die Rückstände aller untersuchten Bitumenemulsionen keine derartige Konsistenz aufwiesen, um normkornform in die Probekörperformen für die weiteren Prüfungen "gefüllt" zu werden. Sie hätten vielmehr in die Formen gedrückt werden müssen, sodass nicht gewährleistet ist, dass alle Bereiche der Prüfkörperform mit Bitumen gefüllt sind, was wiederum einen Einfluss auf die Prüfergebnisse haben kann.

5 Untersuchungsergebnisse der Kraftduktilitätsprüfungen

5.1 Allgemeines

In diesem Abschnitt werden die Ergebnisse der Kraftduktilitätsprüfung zusammengestellt. Dabei wird zwischen dem Einfluss der unterschiedlichen Randbedingungen bei der Prüfung (Abschnitt 5.2), den Ergebnissen der untersuchten Standardbitumen, den Ergebnissen der verschiedenen Sorten der polymermodifizierten Bitumen, die im Rahmen des Projekts untersucht wurden, den Ergebnissen der thermisch beanspruchten Bitumenproben sowie den Ergebnissen der modifizierten Bitumenemulsionen unterschieden.

Die Auswertung erfolgt dabei stets ausschließlich gemäß den DIN EN 13703 [9]. Die weitergehende Auswertung einschließlich Interpretation des Kurvenverlaufs erfolgt in Abschnitt 7.

5.2 Einfluss der Randbedingungen bei der Kraftduktilitätsprüfung

Um den Einfluss von Randbedingungen auf die Prüfergebnisse zu untersuchen, wurden mehrere Randbedingungen während der Prüfungen variiert. Dies waren im Einzelnen die Prüftemperatur, die Probekörperform und die Ziehgeschwindigkeit. In den folgenden Abschnitten werden die Ergebnisse der Untersuchungen, jeweils getrennt für die drei Randbedingungen, jeweils für die fünf PmB 45A (25/55-55A), die auch für die Hauptuntersuchung ausgewählt wurden, näher betrachtet.

Die Ergebnisse hinsichtlich des Einflusses der Randbedingungen bei der Kraftduktilitätsprüfung der weiteren untersuchten polymermodifizierten Bitumen sowie modifizierten Bitumenemulsionen sind im Anhang zusammengestellt.

5.2.1 Einfluss der Prüftemperatur

Im Rahmen des Projekts wurden insgesamt drei verschiedene Temperaturstufen (5, 10 und 15 °C) untersucht.

Die Ergebnisse sind in den folgenden Bildern jeweils für die Formänderungsarbeit (Bild 2 bis Bild 3) und für das 1. Kraftmaximum (Bild 4 und Bild 5) am Beispiel der PmB 45A der fünf verschiedenen Produzenten dargestellt. Anhand der Ergebnisse ist zu erkennen, dass erwartungsgemäß die Formänderungsarbeit als auch die Kraft (1./2. Kraftmaximum) mit Zunahme der Temperatur abnehmen, während die Ausziehlänge bei steigender Temperatur zunimmt.

Allerdings konnte auch festgestellt werden, dass bei Bitumen mit höherer Viskosität (PmB 25A) bei einer Temperatur von 5 °C keine Prüfung möglich war, da sich kurz nach Prüfbeginn ein Spröbruch einstellte. Des Weiteren werden die gemessenen Kräfte mit zunehmender Temperatur immer geringer, sodass die Maximalkraft bei einem PmB 130A von ca. 45 N bei 5 °C bis auf ca. 5 N bei 15 °C abnimmt.

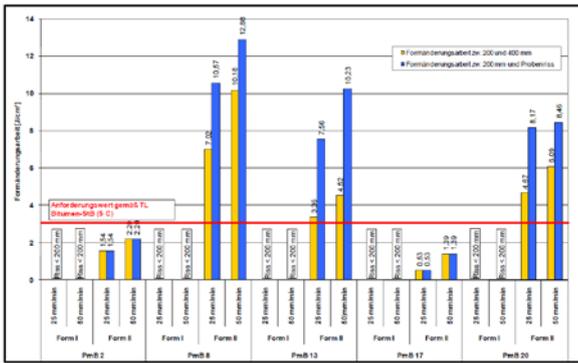


Bild 2: PmB 45A – Formänderungsarbeit zwischen 200 und 400 mm sowie 200 mm und dem Probenriss (Temperatur: 5 °C)

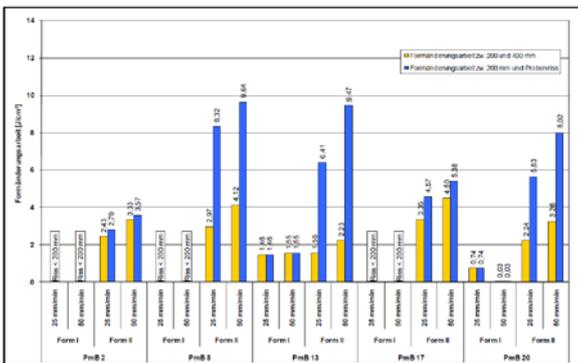


Bild 3: PmB 45A – Formänderungsarbeit zwischen 200 und 400 mm sowie 200 mm und dem Probenriss (Temperatur: 10 °C)

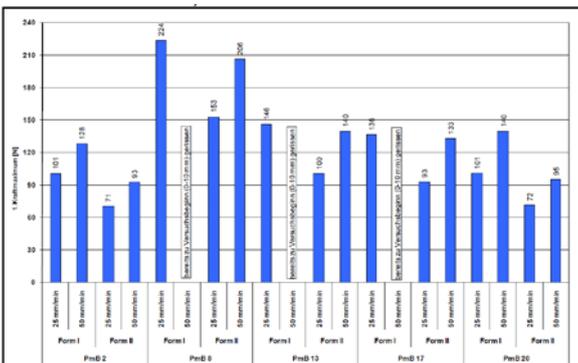


Bild 4: PmB 45A – Kraftmaximum (1. Kraftmaximum) (Temperatur: 5 °C)

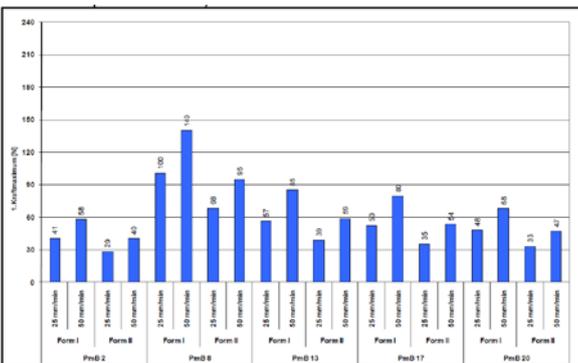


Bild 5: PmB 45A – Kraftmaximum (1. Kraftmaximum) (Temperatur: 10 °C)

In den TL Bitumen-StB 07 [16] sind aus diesem Grund für die einzelnen Sorten auch unterschiedliche Prüftemperaturen festgelegt. Diese variieren von 0 °C für ein PmB 130A (120/200-40A) bis zu 10 °C für ein PmB 25A (10/40-65A).

5.2.2 Einfluss der Probekörperform

In die Untersuchung wurde die Probekörperform gemäß DIN EN 13589 mit geradem Steg, im Folgenden bezeichnet auch als "Form II", und die Form mit verjüngendem Steg gemäß DIN EN 13398, im Folgenden bezeichnet als "Form I", einbezogen.

Die Ergebnisse der Untersuchungen sind bezüglich Der Formänderungsarbeit und der Höhe des Kraftmaximums in Bild 2 bis 5 sowie hinsichtlich der Ausziehlänge in Bild 6 und 7 für die Temperatur 5 und 10 °C zusammengestellt.

Durch die verjüngende Form des Probekörpers I weist dieser zwar in der Mitte den gleichen Querschnitt auf wie der Probekörper mit geradem Steg, allerdings ist das Gesamtvolumen der Form mit dem verjüngenden Querschnitt (Form I) größer als bei der Form mit konstantem Querschnitt (Form II). Die Proben, die mit der Form I hergestellt wurden, neigen aufgrund des nicht konstanten Querschnitts zu einer schnelleren Einschnürung der Probe und somit zu einem schnelleren Probenriss beziehungsweise kürzeren Ausziehlänge.

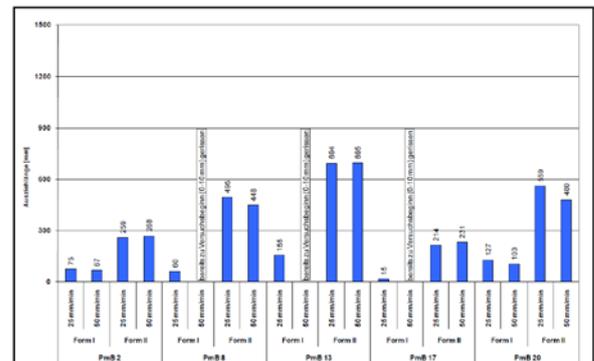


Bild 6: PmB 45A – Ausziehlänge bis Probenriss (Temperatur: 5 °C)

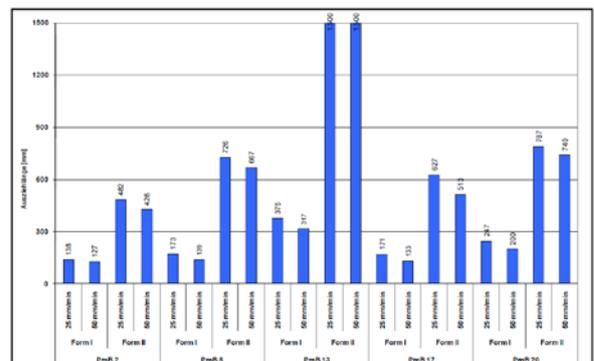


Bild 7: PmB 45A – Ausziehlänge bis Probenriss (Temperatur: 10 °C)

Anhand der Ergebnisse kann festgestellt werden, dass bei der Prüfung mit Form I zwar die größten Kräfte registriert werden, was positiv ist, da für eine gute Reproduzierbarkeit der Ergebnisse möglichst große Werte gemessen werden sollten. Allerdings sind die Ausziehlängen bei der Prüfung mit der Form I unabhängig von der Temperatur wesentlich kürzer als bei der Form II. Bei niedrigen Temperaturen neigen die mit der Form I hergestellten Prüfkörper zu einem sehr zeitigen Versagen, wodurch keine Auswertung möglich wäre.

Daher lässt sich mit der Form II der gesamte Kurvenverlauf bei der Kraftduktilitätsprüfung besser beschreiben.

5.2.3 Einfluss der Ziehgeschwindigkeit

Auch die Ziehgeschwindigkeit wurde zweifach variiert. Neben der, in den verschiedenen Normen üblichen, Ziehgeschwindigkeit von 50 mm/min wurde auch eine langsamere Ziehgeschwindigkeit von 25 mm/min untersucht, weil hierdurch erwartet wurde, dass die Prüfungen bei niedrigeren Temperaturen eventuell ohne vorzeitigen Probenriss bis zum regulären Versuchsende durchgeführt werden können.

Anhand einer Umfrage an einigen Prüflaboratorien im Vorfeld der Untersuchungen wurde festgestellt, dass der Großteil der vorhandenen Geräte eine Veränderung der Ziehgeschwindigkeit zulässt. Bei den meisten kann dies sogar stufenlos erfolgen, während bei zweien nur eine Variation der Ziehgeschwindigkeit in Stufen (meistens 3 Stufen) möglich war. Des Weiteren bieten alle derzeit auf dem Markt erhältlichen Geräte zur Bestimmung der Kraftduktilität eine variable und stufenlose Einstellung der Ziehgeschwindigkeit an, sodass dieser Aspekt kein Hindernis bei der Untersuchung dieser Randbedingung war, wie er bei einer vorangegangenen Untersuchung [10] angeführt wurde.

Die Ergebnisse der Untersuchungen mit verschiedenen Ziehgeschwindigkeiten zeigen (vgl. Bild 2 bis Bild 7), dass durch eine Reduktion der Ziehgeschwindigkeit das Niveau des Kraftmaximums abnimmt und die Ausziehlänge in den meisten Fällen bei einer Ausziehgeschwindigkeit von 25 mm/min nicht wesentlich größer ist als die bei 50 mm/min gemessene. Dadurch ergibt sich auch bei der Formänderungsarbeit bei 25 mm/min ein geringerer Wert. Aufgrund dieser Ergebnisse ist eine Reduktion der Ziehgeschwindigkeit nicht sinnvoll, zumal dadurch auch die notwendige Zeit für die Prüfung erheblich erhöht wird.

6 Auswertung der Kraftduktilitätsprüfungen

6.1 Allgemeines

Das Ziel des Projekts ist unter anderem, eine einheitliche Auswertesystematik für die Kraftduktilitätsprüfung zu erarbeiten, mit der die Qualität des Bitumens zielsicher beurteilt werden kann. Die Auswertung soll den Kurvenverlauf zwar berücksichtigen, aber unabhängig von diesem eingesetzt werden können. Gegebenenfalls ist mit der Auswertesystematik auch eine Unterscheidung der einzelnen Bitumensorten sowie auch Alterungszuständen möglich.

6.2 Weitergehende Auswertung der Kurven

In diesem Abschnitt werden die einzelnen bereits bekannten sowie im Rahmen dieses Projekts entwickelten Möglichkeiten der weitergehenden Auswertung der Kraftduktilitätskurven vorgestellt.

a) In einer weitergehenden Auswertung wird die Kraftduktilitätskurve beispielsweise in zwei Bereiche unterteilt. Dabei wird unterschieden in den ersten Bereich (1. Kraftmaximum), der das Grundbitumen repräsentiert, und den zweiten Bereich (nach dem 1. Kraftmaximum bis zum Probenriss), der die Modifizierung des Bitumens repräsentiert. Der erste Teil der Kurve ist bei Standardbitumen und polymermodifizierten Bitumen vergleichbar, während sich der Bereich nach dem ersten Kraftmaximum erheblich unterscheidet, sodass mit einem derartigen Verfahren auch die verschiedenen Bitumenarten einfach zu bewerten wären. Dabei kann zum einen für die beiden Bereiche die Formänderungsarbeit berechnet und anschließend ins Verhältnis gesetzt werden oder die mittleren Kräfte der beiden Bereiche werden ins Verhältnis gesetzt.

Ein ständiges Problem ist dabei immer die Festlegung der beiden Bereiche, das heißt den Übergang zwischen diesen Bereichen. Dabei sollte beachtet werden, dass diese "Trennlinie" unabhängig von dem Kurvenverlauf und der auszuwertenden Person immer einheitlich festgelegt wird. Dabei werden jeweils Tangenten in den beiden Teilbereichen an die Kurve in Abhängigkeit von deren Verlauf angelegt und die Grenze anhand des Schnittpunkts der beiden Tangenten ermittelt.

Anhand dieser Grenze kann für die beiden Bereiche entweder die Formänderungsarbeit, die mittlere Kraft oder weitere Kennwerte bestimmt werden, die zur Charakterisierung der Kurve beitragen.

Diese Vorgehensweise mit der Festlegung von zwei Tangenten ist nur bei Kraftduktilitätsverläufen anwendbar, die ein zweites Kraftmaximum aufweisen. Denn nur durch das zweite Kraftmaximum kann sich zwischen den beiden Maxima ein Minimum ausbilden, welches für die Bestimmung von Tangente 1 notwendig ist. Des Weiteren kann es bei der Festlegung der Tangente 2 bei sehr großen Dehnungen der Proben zu einer negativen Steigung der Tangente kommen, was wiederum zu einem Schnittpunkt mit Tangente 1 im negativen Dehnungsbereich führt. Dies ist aber nur der Fall bei negativen Steigungen der Tangente 2, die sich überwiegend bei hohen Prüftemperaturen (10 beziehungsweise 15 °C) und entsprechend großen Dehnungswegen der Proben einstellen. Somit wäre es günstiger, die Bestimmung der Tangente 1 anhand "fester" Vorgaben, zum Beispiel Dehnungslänge oder prozentualem Anteil der Maximalkraft, vorzunehmen.

Des Weiteren wird die Formänderungsarbeit der 2. Phase sehr stark von der maximalen Dehnung der Probe beeinflusst.

b) Die weitergehende Auswertung der Kraftduktilitätskurven soll dazu dienen, gegebenenfalls die Bitumensorten voneinander zu unterscheiden beziehungsweise die Bitumen hinsichtlich ihrer doch unterschiedlichen Zusammensetzung besser zu charakterisieren. Diese Auswertung kann neben Teilbereichen der Kurve auch den gesamten Kurvenverlauf umfassen.

Eine andere und relativ einfache Möglichkeit der Ermittlung der Grenze zwischen den beiden Teilbereichen stellt die Ermittlung

der Steigung – anhand der der 1. Ableitung – des Kraftverlaufs dar. Die Grenze kann durch die Berechnung des Maximums der Steigung (stärkster Anstieg der Kurve) einfach mathematisch ermittelt werden. In den folgenden Bildern soll dies anhand von unterschiedlichen Kurvenverläufen dargestellt werden.

Anhand des in Bild 8 dargestellten Kraftverlaufs – ausgeprägtes Tal zwischen den beiden Kraftmaxima – wäre die Ermittlung der Grenze relativ einfach. Diese würde durch das Minimum der Kraft zwischen 100 und 200 mm Ausziehlänge charakterisiert. Bei Kurvenverläufen, die über kein ausgeprägtes 2. Kraftmaximum verfügen, sondern eventuell eine konstante Kraft über die Dehnungslänge aufweisen, würde eine derartige "händische" Auswertung nicht weiterhelfen, da der "optisch" infrage kommende Bereich relativ groß ist. Aber auch bei derartigen Kurvenverläufen lässt sich anhand der Steigung eine Grenze eindeutig festlegen.

Wie anhand der Bilder gezeigt werden kann, stellt die Berechnung der Steigung des Kraftverlaufs eine einfache Möglichkeit dar, die Grenze zwischen den beiden Teilbereichen bei den Kraftduktilitätskurven unbeeinflusst vom Kurvenverlauf als auch vom Auswerter zu bestimmen.

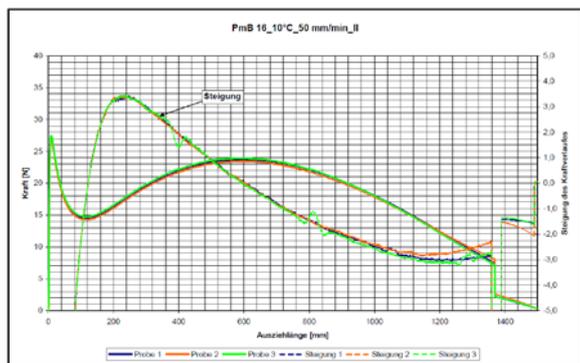


Bild 8: Beispiel für die Ermittlung der Steigung des Kraftverlaufs (PmB 16)

c) Ebenso könnte sich die Darstellung der Flächenzunahme als hilfreich bei der Trennung der Kurve in zwei Abschnitte erweisen. Dabei könnte beispielsweise der "Trennpunkt" anhand der Flächenzunahme über den Verlauf der Kurve festgelegt werden.

Eine weitere Möglichkeit hinsichtlich der Betrachtung der Fläche unter der Kurve beziehungsweise der Arbeit bietet die Multiplikation des jeweiligen Dehnwegs mit der jeweils vorhandenen Kraft. Die resultierenden Kurven bieten die Möglichkeit, beispielsweise anhand des Wendepunkts die Grenze zwischen dem ersten und dem zweiten Teil der Kurve festzulegen.

d) Da sich ein polymermodifiziertes Bitumen grundsätzlich aus einem Grundbitumen (Standardbitumen) und unterschiedlichen Anteilen der verschiedenen Polymere zusammensetzt, kann auch der Kurvenverlauf beziehungsweise die Formänderungsarbeit eines Standardbitumens von der Formänderungsarbeit eines polymermodifizierten Bitumens abgezogen werden, um den Einfluss der Polymere zu ermitteln. In Bild 9 sind die Flächen für ein Standardbitumen und zwei unterschiedliche polymermodifizierte Bitumen (PmB 45A) dargestellt. Daran lässt sich erkennen, dass die Fläche der Normbitumen sich innerhalb der Flächen der polymermodifizierten Bitumen befindet und somit eine Teilfläche dieser darstellt. Ausgehend von dieser "Idee" könnten für die

Standardbitumen (unabhängig von der Sorte) für jede Temperatur Formänderungsarbeiten ermittelt und festgelegt werden, die dann von den Kurven der polymermodifizierten Bitumen abgezogen werden.

e) Eine andere Möglichkeit stellt die Festlegung einer "Masterkurve" für die Standardbitumen dar, mit welcher die Formänderungsarbeit in Abhängigkeit von der Temperatur und dem ersten Kraftmaximum des polymermodifizierten Bitumens ermittelt werden kann, das wiederum von der Formänderungsarbeit der polymermodifizierten Bitumen abgezogen wird.

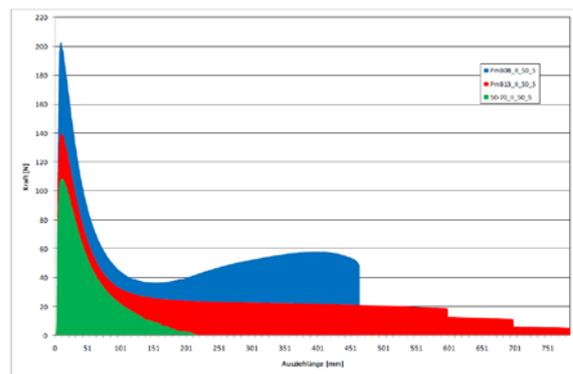


Bild 9: Flächen unterhalb der Kraftduktilitätskurven für ein Normbitumen und zwei verschiedene PmB 45A

Da aber die verschiedenen Bitumenhersteller bei der Produktion von polymermodifizierten Bitumen unterschiedliche Standardbitumen verwenden, ist die Bestimmung von "Masterkurven" für die Standardbitumen nicht sinnvoll. Vor allem auch, weil sich die Kennwerte der Kraftduktilitätskurven, wie Dehnungslänge, 1. Kraftmaximum und Formänderungsarbeit, selbst innerhalb einer Bitumensorte bei verschiedenen Herstellern teilweise erheblich unterscheiden.

Allerdings könnte aufgrund des nahezu identischen Verlaufs der Kraftduktilitätskurven der Standardbitumen, in Bezug auf die Kurvenform, welche sich auch in dem ersten Teil des Kurvenverlaufs der polymermodifizierten Bitumen widerspiegelt, die Fläche unter diesem Teil der Kurve in Abhängigkeit von der Maximalkraft (1. Kraftmaximum) bestimmt werden.

Dazu könnte der erste Teil des Kurvenverlaufs als Exponentialfunktion betrachtet werden, bei der das erste Kraftmaximum, die Dehnung als auch die Temperatur berücksichtigt werden. Durch Hirsch [26] konnte gezeigt werden, dass durch die Anwendung der Exponentialfunktion generell der Kurvenverlauf auch rechnerisch gut nachgebildet werden kann, wobei bei einigen Proben diese "Nachrechnung" nicht funktioniert beziehungsweise zu weit vom gemessenen Kurvenverlauf abweicht. Diese "Nachrechnung" ist im Temperaturbereich anwendbar, in dem viskoses Fließen auftritt. Eine Begrenzung erfolgt dabei durch die Eigenverformung bei hohen Temperaturen und die Rissbildung bei niedrigen Temperaturen. Aufgrund der Erfahrungen, dass bei den meisten Standardbitumen das Verhältnis zwischen Formänderungsarbeit und Maximalkraft in einem Temperaturbereich von ca. 10 bis 20 °C als konstant angesehen werden kann, ist es möglich, über die Maximalkraft der polymermodifizierten Bitumen den Anteil der Grundbitumen an der Formänderungsarbeit zu bestimmen. Bei einer Temperatur von 20 °C wurde dafür die folgende Formel ermittelt: $E = 0,012 F_{max}$. Allerdings muss diese

Formel auch bei den im Rahmen dieses Projekts untersuchten Bitumen sowie auch Temperaturen nachgeprüft werden.

7 Interpretation des Verlaufs der Kraftduktilitätskurven

Hinsichtlich der weitergehenden Interpretation der Kraftduktilitätskurven wurde bisher nur das Verfahren näher betrachtet, bei dem die Teilbereiche anhand der Steigung "getrennt" werden. Dies erfolgte bislang aber noch nicht für alle Bitumensorten, sondern nur für einige PmB 45A sowie für den Vergleich zwischen einem PmB 45A und einem PmB 40/100-65H.

7.1 Auswertung anhand von Teilbereichen, die aufgrund der Steigung festgelegt wurden

Durch die Aufteilung der Kurve in Teilbereiche kann eine Auswertung getrennt nach den Auswirkungen des Grundbitumens (1. Teil der Kurve) und der Polymere (2. Teil der Kurve) erfolgen. Des Weiteren kann auf diese Weise auch die gesamte Ausziehlänge bei der Auswertung berücksichtigt werden, da bei einigen Bitumen das 2. Kraftmaximum erst nach einer Ausziehlänge von 400 mm auftritt. Allerdings sollte auch bei der Auswertung hinterfragt werden, ob große Dehnungslängen der Proben von mehr als 1000 mm noch in die Auswertung mit einfließen sollten oder ob die Dehnungslänge eventuell nur bis 1000 mm betrachtet und der Rest "abgeschnitten" wird.

In Bild 10 sind die Grenzen sowie die gesamte Ausziehlänge der Einzelproben der fünf untersuchten PmB 45A dargestellt. Dadurch lässt sich zeigen, dass die ermittelte Grenze zwischen den beiden Bereichen im Allgemeinen keine großen Streuungen zwischen den einzelnen Proben beziehungsweise zwischen den Proben verschiedener Hersteller aufweist; im Auftrag liegt die Grenze bei diesen Bitumen zwischen 180 und 260 mm Dehnungslänge. Somit sind auch aus diesem Kennwert keine großen Einflüsse auf die berechnete Energie des 1. Teilbereichs zu erwarten. Die Energie des 2. Teilbereichs wird in sehr großem Maße durch die Ausziehlänge bis zum Probenriss beeinflusst (Bild 10 und 11). Bei sehr großer Dehnungslänge (zum Beispiel PmB 13) ist die Formänderungsarbeit der 2. Phase wesentlich größer als die der 1. Phase, während bei kürzeren Ausziehlängen (ca. 400 mm) die Formänderungsarbeiten der beiden Phasen nahezu gleich sind.

In Bild 12 sind die berechneten Energien der beiden Teilbereiche für zwei verschiedene polymermodifizierte Bitumen – ein PmB 45A und PmB H – des gleichen Herstellers dargestellt. Dadurch lässt sich die Wirkung der Polymere, die beim PmB H hauptsächlich den zweiten Bereich des Kurvenverlaufs beeinflussen, gegenüber dem PmB 45A verdeutlichen. Auch bei der Bildung des Verhältniswerts (I)/(II) wird anhand des niedrigen Werts des PmB H die "stärkere" Wirkung der eingesetzten Polymere in der 2. Phase im Vergleich zum PmB 45A deutlich (Bild 13).

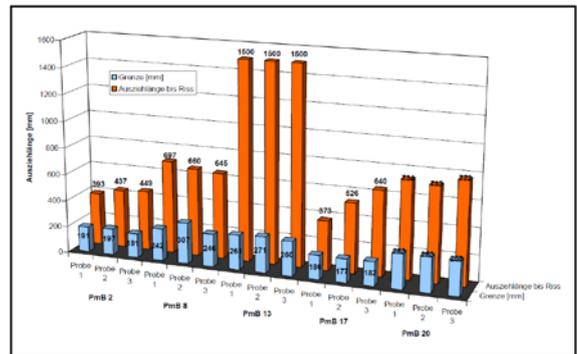


Bild 10: Grenze zwischen den Teilbereichen und Ausziehlänge bis zum Probenriss – Einzelwerte (Temperatur: 10 °C)

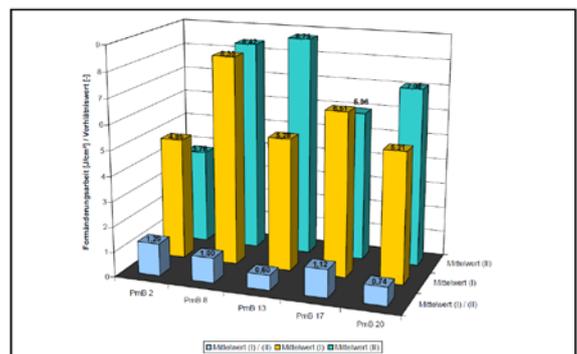


Bild 11: Berechnete Formänderungsarbeiten der Teilbereiche (I) und (II) sowie Verhältnis der Formänderungsarbeiten – Mittelwerte (Temperatur: 10 °C)

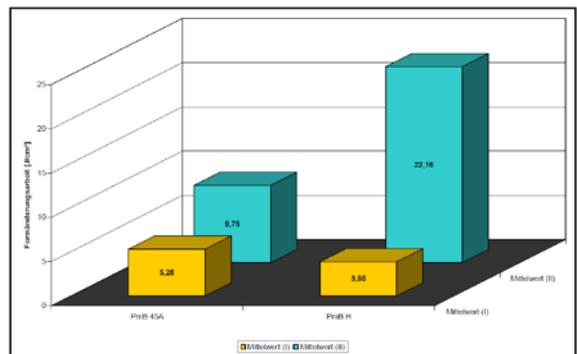


Bild 12: Brüche bei Verwendung der Probekörperform mit Verjüngendem Steg und der Prüfung von hartem PmB bei 5 °C

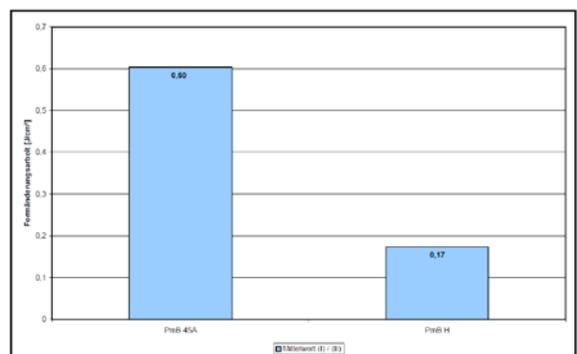


Bild 13: Mittelwerte des Quotienten I/II für PmB 45A und PmB 40/100-65H

8 Zusammenfassung

Im Rahmen dieses Projekts wurden vor dem Hintergrund der nationalen und europäischen Entwicklungen (zum Beispiel Europäische Normung etc.) neben den Randbedingungen für die Kraftduktilitätsprüfung auch die Auswertung der dabei erfassten Daten genauer betrachtet sowie praxisrelevante Parameter bezüglich der Versuchsdurchführung und -auswertung ermittelt. Ebenso wurde auch versucht, den gesamten Verlauf der Kraftduktilitätskurve sowie gegebenenfalls auch die Gestalt der Kurve in die Auswertung mit einzubeziehen und nicht nur, wie bisher, punktuelle Werte beziehungsweise einzelne feste Bereiche.

Die im Rahmen dieses Projekts betrachteten unterschiedlichen Randbedingungen bei der Kraftduktilitätsprüfung, wie Temperatur, Probekörperform und Ziehgeschwindigkeit, haben teilweise einen erheblichen Einfluss auf die ermittelte Formänderungsarbeit.

Der Prüftemperatur wird neben der Probekörperform der größte Einfluss zugerechnet. Bereits in einer Untersuchung von Angst [10] konnte gezeigt werden, dass eine Änderung der Temperatur um 2 K bereits einen erheblichen Einfluss auf die ermittelte Energie hat.

Anhand der in diesem Projekt ermittelten Ergebnisse kann festgehalten werden, dass die Probekörperform mit geradem Steg (Form II) gemäß DIN EN 13589 der Probekörperform mit verjüngtem Steg (Form I) gemäß DIN EN 13398 vorzuziehen ist, da es trotz der höchsten Maximalkräfte bei der Form I bei niedrigen Temperaturen häufig zu einem vorzeitigen Probenriss kam und die Ausziehlänge wesentlich geringer als bei der Form II (Form mit geradem Steg) war, sodass in vielen Fällen eine Ermittlung der Formänderungsarbeit zwischen 200 und 400 mm Dehnungsweg gemäß der DIN EN 13703 bei Prüfung mit der Form I nicht möglich war, da die Proben die Ausziehlänge von 400 mm nicht erreichten. Dadurch kann die Form mit verjüngtem Steg (Form I), trotz der Verwendung für die elastische Rückstellung nach DIN EN 13398, nicht für den Einsatz bei der Kraftduktilitätsprüfung empfohlen werden.

Hinsichtlich der Ziehgeschwindigkeit sollte die bisher in der Norm verankerte Ziehgeschwindigkeit von 50 mm/min beibehalten werden, da eine Reduzierung der Geschwindigkeit keine Vorteile, zum Beispiel hinsichtlich der Vermeidung eines vorzeitigen Proberisses bei niedrigen Temperaturen, bringt und die Prüfung mit der reduzierten Ziehgeschwindigkeit von 25 mm/min somit doppelt so lange dauern würde.

Bezüglich der Temperatur sollte das Vorgehen der TL Bitumen-StB 07 bevorzugt werden, wo die Prüftemperatur entsprechend der Viskosität des Bindemittels gewählt wird. Während bei der Prüfung gemäß DIN EN 13589 diese bei 5 °C beginnen sollte und bei Auftreten eines Sprödbruchs die Temperatur jeweils um 5 K zu erhöhen ist, was in Abhängigkeit von der Viskosität des Bitumens mehrfache Prüfungen inklusive Probenvorbereitung etc. beinhalten würde. Allerdings muss gemäß der TL Bitumen-StB 07 ein polymermodifiziertes Bitumen auch bei der definierten Prüftemperatur die Anforderung erfüllen und darf bei vorzeitigem Versagen nicht bei höheren Temperaturen noch mal geprüft werden. Auch würde ein vorzeitiges Reißen der Probe (Dehnungslänge < 400 mm) trotz bereits entsprechend großer Formänderungsarbeit zu einer "Ablehnung" der Probe führen, da gemäß

DIN 13589 die Prüfung bis zu einer Dehnung von 400 mm (1333 %) durchzuführen ist. Daher wäre bei Auswertung gemäß DIN EN 13703 die Angabe einer weiteren Dehnungslänge größer als 200 mm (Mindestlänge), die aber kleiner als 400 mm ist, sinnvoll, bis zu der der Versuch bei entsprechender Formänderungsarbeit trotzdem "gültig" ist.

Allerdings wäre es auch möglich, eine einheitliche Prüftemperatur (zum Beispiel 10 °C) festzulegen, bei der alle Bitumen geprüft werden. Dadurch könnte beispielsweise bei der Prüfung der Bitumenemulsionen ein mehrmaliges Rückgewinnen oder die Rückgewinnung von größeren Mengen vermieden werden, weil man sich sonst ausgehend von 5 °C an die Prüftemperatur, bei der kein Sprödbruch mehr eintritt, herantasten müsste, was unter anderem auch ein mehrmaliges Probekörperherstellen einschließt. Allerdings zeigte auch keine der im Rahmen dieses Forschungsprojekts untersuchten 13 polymermodifizierten Bitumenemulsionen bei der Prüftemperatur von 5 °C einen vorzeitigen Probenriss (kurz nach Versuchsbeginn) und bei der Prüfung mit der Form II sowie einer Ziehgeschwindigkeit von 50 mm/min trat der Riss auch erst bei Ausziehlängen von > 400 mm auf.

Die Festlegung einer einheitlichen Prüftemperatur und dann entsprechend sortenspezifische Anforderungen an die Formänderungsarbeit würden auch bei unbekanntem Bitumen und/oder Kontrollprüfungen die Durchführung der Kraftduktilitätsprüfung sowie die Bestimmung der Bitumensorte erleichtern.

Des Weiteren könnte die Prüftemperatur bei der Kraftduktilitätsprüfung auch in Abhängigkeit von "einfachen" physikalischen Kennwerten, wie der Nadelpenetration und dem Erweichungspunkt Ring und Kugel, ermittelt werden, da diese beiden Kennwerte Aussagen über die Viskosität des Bitumens treffen und bei jeder Bitumenuntersuchung mit zu bestimmen sind. Das heißt, je niedriger die Nadelpenetration und je höher der Erweichungspunkt, desto höher sollte die Temperatur bei der Kraftduktilitätsprüfung sein.

Aufgrund der im Rahmen des Projekts ermittelten Ergebnisse sollte für Kraftduktilitätsprüfungen die Probekörperform mit geradem Steg gemäß DIN EN 13589 und eine Ziehgeschwindigkeit von 50 mm/min gewählt werden. Die anderen Randbedingungen (Probekörperform mit verjüngtem Steg und Ziehgeschwindigkeit von 25 mm/min) haben sich hinsichtlich der Durchführbarkeit, Auswertbarkeit und Praktikabilität als nicht geeignet erwiesen.

Das Rückgewinnungsverfahren für polymermodifizierte Bitumenemulsionen gemäß dem Entwurf der DIN EN 13074-1 hat sich bei den Untersuchungen im Labor als geeignet hinsichtlich Anwendbarkeit und Ergebnisse gezeigt, sodass keine Modifikation des Verfahrens notwendig erscheint.

Für die genauere Interpretation der Kraftduktilitätskurven sowie gegebenenfalls Unterscheidung der einzelnen Sorten ist eine Aufteilung der Kurve in zwei Teilbereiche unumgänglich. Allerdings konnte bisher noch kein Verfahren identifiziert werden, mit dem dies eindeutig möglich ist, vor allem, weil die in der Praxis auftretende Spannbreite der Ergebnisse bei einer einzelnen Sorte bereits recht groß ist, daher nicht immer auszuschließen ist, dass sich die Randbereiche der einzelnen Sorten nicht überschneiden.

Um die einzelnen Sorten anhand der Prüfergebnisse unterscheiden beziehungsweise differenzieren zu können, sind die Prü-

fungen bei einheitlichen Temperaturen – unabhängig von der Bitumensorte – notwendig, da sich mit der Änderung der Temperatur auch der Kurvenverlauf und somit die Kennwerte ändern.

Das Verfahren zur Aufteilung der Kurven in Teilbereiche sollte frei von subjektiven Einflüssen rein mathematisch erfolgen, nachvollziehbar und einfach im täglichen Laborbetrieb anwendbar sein. Daher wird als relativ einfache Variante die Ermittlung der Steigung des Kurvenverlaufs anhand der 1. Ableitung vorgeschlagen. Unabhängig von der Art des Kurvenverlaufs lässt sich hierbei immer das Maximum der Steigung ermitteln. Anhand dessen kann die Trennung in die beiden Bereiche der Kraftduktilitätskurve einfach und schnell durchgeführt werden. Die weitere Interpretation des Kurvenverlaufs sowie die Zuordnung zu einer Bitumensorte kann anhand des Quotienten der Formänderungsarbeiten der beiden Abschnitte erfolgen.

9 Literatur

- [1] FGSV: Technische Lieferbedingungen für gebrauchsfertige polymermodifizierte Bitumen (TL PmB); Köln; 2001.
- [2] DIN EN 14023: Bitumen und bitumenhaltige Bindemittel-Rahmenwerk für die Spezifikation von polymermodifizierten Bitumen; Januar 2006.
- [3] DIN EN 13808: Bitumen und bitumenhaltige Bindemittel – Rahmenwerk für die Spezifizierung kationischer Bitumenemulsionen; Juli 2005.
- [4] DIN EN 13588: Bitumen und bitumenhaltige Bindemittel-Bestimmung der Kohäsion von bitumenhaltigen Bindemitteln mit der Pendelprüfung; April 2004.
- [5] DIN EN 13587: Bitumen und bitumenhaltige Bindemittel-Bestimmung der Streckeigenschaften von bitumenhaltigen Bindemitteln mit dem Zugprüfverfahren; März 2004.
- [6] DIN EN 13589: Bitumen und bitumenhaltige Bindemittel- Bestimmung der Streckeigenschaften von modifiziertem Bitumen mit dem Kraft-Duktilitäts-Verfahren; Juni 2008.
- [7] DIN EN 13074: Bitumen und bitumenhaltige Bindemittel – Rückgewinnung des Bindemittels aus Bitumenemulsionen durch Verdunstung; November 2002.
- [8] DIN EN 13398: Bitumen und bitumenhaltige Bindemittel – Bestimmung der elastischen Rückstellung von polymermodifiziertem Bitumen; März 2004.
- [9] DIN EN 13703: Bitumen und bitumenhaltige Bindemittel – Bestimmung der Formänderungsarbeit; März 2004.
- [10] Angst, C.: Optimierung der Kraft-Duktilitätsprüfung von polymermodifizierten Bitumen (PmB); in: Straße und Autobahn, Heft 4, Bonn; S. 203-210;2002.
- [11] Renken, P., Hagner, T., Feßler, A.: Veränderung der Eigenschaften polymermodifizierter Bitumen während Herstellung, Lagerung, Transport und Einbau von Asphaltmischgut; Forschung Straßenbau und Straßenverkehrstechnik, Heft 809; Bonn, 2001.
- [12] Hirsch, V.: Neue Methoden zur Ansprache des Gebrauchsverhaltens von Bindemitteln, in: Straße und Autobahn, Heft 12, Bonn; S. 706-710;2005.
- [13] Nicholls, C. et al.: Analysis of Available Data for Validation of Bitumen Tests, Report on Phase 1 of the BiTVaI Project
- [14] prEN 13589: Bitumen und bitumenhaltige Bindemittel – Bestimmung der Streckeigenschaften von modifiziertem Bitumen mit dem Kraft-Duktilitäts-Verfahren (Entwurf); Oktober 2007.
- [15] prEN 1307 4-1: Bitumen and bituminous binders – Recovery of binder from bituminous emulsion or cut-back or fluxed bitumen by evaporation; September 2007.
- [16] FGSV: Technische Lieferbedingungen für Straßenbaubitumen und gebrauchsfertige polymermodifizierte Bitumen (TL Bitumen-StB 07); Ausgabe 2007; Köln; 2008.
- [17] DIN 52013: Bitumen und bitumenhaltige Bindemittel – Bestimmung der Duktilität; Juni 2007.
- [18] DIN EN 12594: Bitumen und bitumenhaltige Bindemittel – Vorbereitung von Untersuchungsproben; Juni 2007.
- [19] FGSV: Technische Lieferbedingungen für Bitumenemulsionen (TL BE-StB 07), Ausgabe 2007; Köln; 2008.
- [20] Wikipedia: IR-Spektroskopie (13.11.2008).
- [21] Hirsch, V.: Kraftduktilität – Eine einfache Methode der PmB-Charakterisierung; Vortrag auf den Aachener Straßenbau und Verkehrstagen 2004 (unveröffentlicht).
- [22] Probst, D.: Entwicklung einer Prüfsystematik zur Differenzierung zwischen gealtertem Normenbitumen und Sonderbindemitteln mit vergleichbarem Erweichungspunkt Ring und Kugel über 70 °C; Diplomarbeit am Institut für Straßenwesen der RWTH Aachen; Aachen; 2008 (unveröffentlicht).
- [23] DIN EN 12607-1: Bitumen und bitumenhaltige Bindemittel – Bestimmung der Beständigkeit gegen Verhärtung unter Einfluss von Wärme und Luft – Teil 1: RTFOT-Verfahren; Deutsche Fassung EN 12607-1:2007
- [24] Gores, F.: Bestimmung der mittleren Molmassen und der Molmassenverteilung von insgesamt 12 Bitumen-Proben mittels GPC-Viskositäts-Kopplung; Untersuchungsbericht vom 31.04.2009; PSS Mainz; 2009.
- [25] DIN EN 13589, Berichtigung 1: Bitumen und bitumenhaltige Bindemittel – Bestimmung der Streckeigenschaften von modifiziertem Bitumen mit dem Kraft-Duktilitäts-Verfahren; Oktober 2008.
- [26] Hirsch, V.: Berechnung: Kraftduktilitätskurven nicht modifizierter Bitumen; Präsentation im Rahmen einer Betreuerkreissitzung des Forschungsprojekts FE 07.220/2007 am 24.06.2009.
- [27] Manke, R.: Möglichkeiten der Charakterisierung eines modifizierten Bindemittels durch rheologische Kenngrößen aus Kraftduktilitätsmessungen; Diplomarbeit Ruhr-Universität Bochum; 2009.
- [28] FGSV: Technische Lieferbedingungen für gebrauchsfertige polymermodifizierte Bindemittel für Oberflächenbehandlungen (TL PmOB); Ausgabe 1997; Köln; 1997.
- [29] FGSV: Technische Lieferbedingungen für polymermodifizierte Bitumenemulsionen für Dünne Schichten im Kalteinbau (TL PmBE-DSK); Ausgabe 1998; Köln; 1998.