

Ermittlung der Verfahrenspräzision europäischer Asphaltprüfnormen der Serie 12697 zur Umsetzung in die ZTV Asphalt-StB

FA 7.221

Forschungsstelle: Technische Universität Braunschweig,
Institut für Straßenwesen (ISBS) (Prof.
Dr.-Ing. P. Renken)

Bearbeiter: Büchler, S.

Auftraggeber: Bundesministerium für Verkehr, Bau und
Stadtentwicklung, Bonn

Abschluss: Juni 2010

1. Allgemeines

Die Umsetzung der Europäischen Prüfnorm der Serie DIN EN 12697 erfolgte in Deutschland in die Technischen Prüfvorschriften Asphalt-StB. Dabei wurden aus den entsprechenden Teilen der DIN EN diejenigen Prüfverfahren übernommen, die für die Durchführung der Erstprüfung und der Kontrollprüfung erforderlich sind. Im Wesentlichen sind dies die Prüfungen, die vom prüftechnischen Grundsatz her aus der DIN 1996 bereits bekannt waren, im Detail aber handelt es sich um teilweise erhebliche Unterschiede im experimentellen Verfahrensgang. Unterschiede, die sich schließlich auch auf die Verfahrenspräzision und auch auf die in den ZTV Asphalt-StB angegebenen Toleranzen auswirken können.

Unter Präzision eines Prüfverfahrens ist die Genauigkeit zu verstehen, mit der eine Prüfgröße bestimmt werden kann. Letztlich sind dies die zulässigen Spannweiten für Einzelwerte und von Ergebnissen, die unter Wiederhol- und unter Vergleichsbedingungen bei der Bewertung eines Prüfergebnisses anzusetzen sind.

Berechnet werden diese aus Standardabweichungen, die nach einem definierten Untersuchungsschema berechnet werden. Detailliert beschrieben ist dieses Schema in den Merkblättern für die statistische Auswertung von Prüfergebnissen, die sich in mehreren Teilen für die Planung und Durchführung von Ringversuchen beschäftigten. Diese Merkblätter stellen die Umsetzung der DIN ISO 5725 in dem labortechnischen Kontext der Straßenbautechnik dar.

Voraussetzung für die ordnungsgemäße Durchführung von Ringversuchen ist neben einer möglichst präzisen Prüfvorschrift, ein mit den Prüfvorschriften erfahrenes Laborpersonal und eine minimale Anzahl von 12 teilnehmenden Prüflaboratorien, die im Regelfall Asphaltmaterial für mindestens 5 Messniveaus analysieren müssen.

Unter Messniveau ist in diesem Zusammenhang der Zahlenwert der Ergebnisse für ein Prüfmerkmal zu verstehen, die sich möglichst systematisch unterscheiden sollten oder auch verschiedene Asphaltmischgutarten oder -sorten, z. B. AC 32 TS, AC 11 D, PA oder MA.

2. Untersuchungsmethodik

Die Verfahrenspräzision wurde für die folgenden Prüfverfahren gemäß den Technischen Prüfvorschriften für Asphalt - im Weiteren auch vereinfachend TP Asphalt-StB genannt - bestimmt.

Es wird besonders darauf hingewiesen, dass die Verfahrenspräzision eines Prüfmerkmals auch die Streuung aus der Probenahme an dem Asphaltmischwerk einschließt. Die für die Untersuchung erforderlichen Asphaltmischgutproben wurden direkt am Asphaltmischwerk in der Art gewonnen, dass bei Walzasphalt der Inhalt eines Silos auf einen Haufen gegeben wurde und eine Gruppe von Probenehmern langsam um das

Asphaltmischguthaufwerk herumging und mit Hilfe der Mehlschaufel das Asphaltmischgut in Probeeimer füllte.

2.1 Bindemittelgehalt nach den TP Asphalt-StB, Teil 1

Nach den TP Asphalt-StB, Teil 1 kann der Bindemittelgehalt nach dem Differenzverfahren, aber auch in Verbindung mit den TP Asphalt-StB, Teil 3 nach dem Rückgewinnungsverfahren bestimmt werden. Darüber hinaus wird zwischen dem löslichen Bindemittelgehalt und dem Bindemittelgehalt unterschieden. Hierbei wird unter Bindemittelgehalt B - um in der "Europäischen" Terminologie zu bleiben - der Gesamtbindemittelgehalt, als der lösliche Bindemittelgehalt zuzüglich Zuschlag für einen unlöslichen Anteil verstanden. Für die Extraktion des Bindemittels wurden hier ausschließlich Extraktionsautomaten eingesetzt.

2.2 Erweichungspunkt Ring und Kugel des rückgewonnenen Bindemittels

Die Bestimmung des Erweichungspunkts Ring und Kugel erfolgt nach der DIN EN 1427, die Verfahrenspräzision für die Prüfung an Bindemittel im Anlieferungszustand ist bekannt. Sie gilt als verhältnismäßig gut. Bei der Bestimmung des Erweichungspunkts Ring und Kugel des rückgewonnenen Bindemittels gehen aber die Prozedur der Rückgewinnung aus dem Asphalt mit einem Lösemittel ein, die die Präzision mehr beeinflusst als die Bestimmung des Erweichungspunkts selber. Die destillative Rückgewinnung des Bitumens ist in den TP Asphalt-StB, Teil 3 mit Trichlorethen oder Toluol möglich. In Deutschland wird meist mit Trichlorethen gearbeitet.

2.3 Rohdichte nach den TP Asphalt-StB, Teil 5

Die Asphaltrohddichte wird mit Wasser als Prüfmittel an dem zuvor sorgfältig manuell granulierten Asphaltmischgut festgestellt. Die Verwendung von Trichlorethen oder Toluol als Lösemittel nach DIN 1996 ist nicht mehr zugelassen. Ein etwaiger Umrechnungsfaktor von der mit Wasser auf die mit Trichlorethen bzw. Toluol bestimmten Werte ist nicht vorgesehen.

2.4 Raumdichte nach den TP Asphalt-StB, Teil 6

Für die Bestimmung der Raumdichte sehen die TP Asphalt-StB im Teil 6 drei verschiedene Verfahren vor, die alle drei von den vorherigen Verfahrensprozeduren nach DIN 1996, Teil 7 mehr oder weniger stark abweichen. Das Verfahren A wird für Gussasphalte angewendet. Dabei erfolgt die Volumenbestimmung durch Tauchwägung, ohne vorherige Konditionierung des Probekörpers, als Differenz der trockenen Probenmasse und der Masse der unter Wasser gewogenen Probe.

Mit dem Verfahren B werden die meisten Walzasphalte (ausgenommen offenporige Asphalte und Asphaltbeton für Asphalttragschichten) geprüft. Der wesentliche Unterschied gegenüber der DIN 1996, Teil 7 besteht darin, dass der nasse Probekörper nach der Tauchwägung zur Entfernung des oberflächlich anhaftenden Wassers über ein nasses Tuch gerollt wird und nicht, wie in DIN 1996, Teil 7 beschrieben, 10 Sekunden lang schräg gehalten wird.

Beim Verfahren D handelt es sich um das Ausmessverfahren, welches vom Prinzip her bei der Raumdichtebestimmung für Probekörper aus offenporigen Asphaltdeckschichten bereits angewendet wurde. Neu ist, dass dieses Verfahren nunmehr auch für Asphaltbeton für Asphalttragschichten angewendet werden muss.

Darüber hinaus erfolgt bei den Verfahren A und B eine Korrektur auf die Dichte des Wassers bei einer Korrektur von 25 °C mit dem Faktor 0,997.

2.5 Volumetrische Kenngrößen nach den TP Asphalt-StB, Teil 8

Bei den volumetrischen Kenngrößen handelt es sich um den Hohlraumgehalt V, den fiktiven Hohlraumgehalt VMA und den Hohlraumfüllungsgrad VFB, die nicht unmittelbar experimentell bestimmt werden, sondern je nach Merkmal mit der Raumdichte, der Rohdichte, dem Bindemittelgehalt und der Dichte des Bindemittels berechnet werden. Einfluss auf die Verfahrenspräzision eines dieser Kenngrößen kann also nur von der Verfahrenspräzision bei der Bestimmung der Eingangsprüfgrößen herrühren. Die Frage ist nun, ob sich diese Prüffehler aus den einzelnen Bestimmungen aufsummieren oder teilweise sogar aufheben.

Die hier genannten drei volumetrischen Kenngrößen werden auch als sekundäre Dichtemerkmale bezeichnet und die in die Berechnungen eingehenden Raum- und Rohdichten auch als primäre Dichtemerkmale.

2.6 Wassergehalt nach den TP Asphalt-StB, Teil 14

Der Wassergehalt einer Asphaltprobe kann nunmehr bei Wassergehalten bis zu 0,1 M.-% mit einer Ofentrocknung, die Wassergehalte über 0,1 M.-% durch azeotrope Destillation bestimmt werden. Destillationsvorgang und Prüfapparatur weichen von dem in DIN 1996, Teil 5 beschriebenen Verfahren erheblich ab.

2.7 Korngrößenverteilung nach den TP Asphalt-StB, Teil 2

Das Verfahren der Bestimmung der Korngrößenverteilung entspricht im Wesentlichen der nach DIN 1996, Teil 14 beschriebenen Prozedur. Neu sind andere Grenzsiebdurchmesser:

0,063 mm für Füller, das 5,6 mm-Sieb statt dem 5,0 mm-Sieb und einige Siebe im Sandbereich. Relevant für Kontrollprüfungen sind die Ergebnisse zur Bestimmung des Füllergehalts, der Kornanteile < 0,125 mm, der Anteil feiner Gesteinskörnungen (früher Sand), der Anteil grober Gesteinskörnungen über 2 mm, der Grobkornanteil und der Kornanteil > 5,6 mm beim SMA 11 S.

3. Asphaltmischgut und Untersuchungsplan

In die Untersuchungen wurden alle in Deutschland zum Einsatz kommenden Asphaltmischgutarten mit den meisten Asphaltarten einbezogen. Eingesetzt wurden sechs Asphaltbetone, zwei Splittmastixasphalte, zwei offenporige Asphalte und zwei Gussasphalte, also insgesamt 12 Asphaltmischgutarten und -sorten. Unter systematischem Aspekt wurden die einzelnen Prüfverfahren jeweils Asphaltmischgutarten und -sorten zugeordnet. Einzelheiten hierzu können dem Prüfplan der Tabelle 1 entnommen werden.

4. Untersuchungsergebnisse

Die primären Ergebnisse der Ringuntersuchungen sind die Standardabweichungen und die hieraus abgeleiteten Spannweiten für Einzelwerte (s_{da}), für Ergebnisse, die unter Wiederholbedingungen (r) - also von einem Laboranten in einem Laboratorium wiederholt - und für Ergebnisse, die unter Vergleichsbedingungen (R) - also von unterschiedlichen Laboranten in unterschiedlichen Laboratorien - festgestellt wurden. Diese Spannweiten wurden mit unterschiedlichen Asphaltmischgütern mit den gleichen Prüfverfahren wiederholt ermittelt. Sodann wurde überprüft, ob Abhängigkeiten der statistischen Kenngrößen, z. B. von der Asphaltmischgutart oder -sorte, dem Zahlenwert des Ergebnisses oder sonstigen mutmaßlichen beeinflussenden Faktoren existieren.

Tabelle 1: Prüfplan: Asphaltarten und -sorten und hieran durchgeführte Prüfungen gemäß TP Asphalt-StB 07

Asphalt Prüfung	AC 8 DN	PA 8	PA 8	SMA 8 S	SMA 11 S	MA 8	MA 11 S	AC 11 TD	AC 22 BS	AC 22 TN	AC 32 TS	AC 32 TN
	70/100	40/100-65 A	40/100-65 A	25/55-55 A	50/70	30/45+TE	30/45 + Zusätze	70/100	10/40-65 A	70/100	50/70	70/100
Bitumen												
Bindemittelgehalt	X	X			X		X		X		X	
Erweichungspunkt RuK Wasser	X	X	X	X					X		X	
Erweichungspunkt RuK Glycerin							X					
Korngrößenverteilung	X			X			X		X		X	
Rohdichte	X	X	X	X	X			X	X	X	X	X
Raumdichte, Verfahren A						X	X					

Raumdichte, Verfahren B	X			X	X			X	X			
Raumdichte, Verfahren D		X	X							X	X	X
Hohlraumgehalt	X	X	X	X	X			X	X	X	X	X
fiktiver Hohlraumgehalt	X	X			X				X		X	
Hohlraumfüllungsgrad	X	X			X				X		X	
Wassergehalt	X			X					X	X	X	

Aufgrund dieser Analysen wurden für die Prüfverfahren schließlich Vorschläge für die Verfahrenspräzision erarbeitet, wie sie in die TP Asphalt-StB eingeführt werden sollten. Diese Ergebnisse enthalten die Tabellen 2.1 und 2.2

Tabelle 2.1: Vorschlag für die Verfahrenspräzision zur Umsetzung in die TP Asphalt-StB

Prüfverfahren	Unterteilung / Kategorie	Art der Präzision	Standardabweichung	Präzision
Bindemittelgehalt B	AC D - SMA - PA	Wiederholpräzision	0,079	0,22
		Vergleichpräzision	0,141	0,39
Bindemittelgehalt B	MA - AC B - AC T	Wiederholpräzision	0,123	0,34
		Vergleichpräzision	0,238	0,66
Rohdichte ρ_m	-	Wiederholpräzision	0,0065	0,018
		Vergleichpräzision	0,0112	0,031
Raumdichte ρ_b	ρ_{bdry}	Einzelwerte	0,0052	0,014
		Wiederholpräzision	0,0040	0,011
		Vergleichpräzision	0,0101	0,028
	ρ_{bssd}	Einzelwerte	0,0722	0,020
		Wiederholpräzision	0,001+0,0004-GK	0,003+0,0011-GK
		Vergleichpräzision	0,003+0,0006-GK	0,008+0,0017-GK
	ρ_{bdim}	Einzelwerte	0,0108	0,030
		Wiederholpräzision	0,0108	0,030
		Vergleichpräzision	0,0242	0,067
Hohlraumgehalt V	ρ_{bssd}	Wiederholpräzision	0,32	0,9
		Vergleichpräzision	0,65	1,8
	ρ_{bdim}	Wiederholpräzision	0,51	1,4
		Vergleichpräzision	1,01	2,8
Fiktiver Hohlraumgehalt VMA	ρ_{bssd}	Wiederholpräzision	0,36	1,0
		Vergleichpräzision	0,72	2,0
	ρ_{bdim}	Wiederholpräzision	0,54	1,5
		Vergleichpräzision	0,93	2,6
Hohlraumfüllungsgrad VFB	-	Wiederholpräzision	1,44	4,0
		Vergleichpräzision	3,61	8,5
Wassergehalt w	-	Wiederholpräzision	-	< 0,1

Ofentrocknung		Vergleichpräzision	-	< 0,1
Erweichungspunkt Ring und Kugel nach Rückgewinnung	Straßenbau-bitumen	Wiederholpräzision	0,36	1,0
		Vergleichpräzision	2,35	6,5
	Polymermodifiziertes Bitumen	Wiederholpräzision	0,97	2,7
		Vergleichpräzision	2,35	6,5

mit GK = Nennkorndurchmesser [mm]

Tabelle 2.2: Vorschlag für die Verfahrenspräzision zur Umsetzung in die TP Asphalt-StB für Kennwerte der Korngrößenverteilung

Prüfverfahren	Unterteilung / Kategorie	Art der Präzision	Standardabweichung	Präzision
Korngrößenverteilung	Füller	Wiederholpräzision	0,22	0,6
		Vergleichpräzision	0,51	1,4
Korngrößenverteilung	Anteil < 0,125 mm	Wiederholpräzision	0,25	0,7
		Vergleichpräzision	0,47	1,3
Korngrößenverteilung	0,063 mm - 2,0 mm (Sand)	Wiederholpräzision	0,72	2,0
		Vergleichpräzision	1,44	4,0
Korngrößenverteilung	> 2 mm ($d_{max} \leq 16,0$ mm)	Wiederholpräzision	0,54	1,5
		Vergleichpräzision	1,08	3,0
Korngrößenverteilung	> 2 mm ($d_{max} > 16,0$ mm)	Wiederholpräzision	1,26	3,5
		Vergleichpräzision	2,53	7,0
Korngrößenverteilung	Kornanteil $\geq 5,6$ mm bei SMA 11 S	Wiederholpräzision	1,44	4,0
		Vergleichpräzision	1,81	5,0
Korngrößenverteilung	Grobkornanteil ($d_{max} \leq 11,2$ mm)	Wiederholpräzision	1,44	4,0
		Vergleichpräzision	1,98	5,5
Korngrößenverteilung	Grobkornanteil ($d_{max} > 11,2$ mm)	Wiederholpräzision	3,61	10,0
		Vergleichpräzision	4,69	13,0

d_{max} = Abkürzung für Nennkorndurchmesser

Den Tabellen 2.1 und 2.2 ist zu entnehmen:

- Für die Verfahrenspräzision des Bindemittelgehalts muss in zwei Gruppen von Asphaltarten unterschieden werden. Der ersten Gruppe werden die Asphaltarten AC D, SMA sowie PA und der zweiten Gruppe die Asphaltarten MA, AC B und AC T zugeordnet.
- Bei der Verfahrenspräzision für die Raumdichtenbestimmung ist nach den Bestimmungsverfahren zu unterscheiden, nämlich zwischen den Verfahren A/B (Tauchwägung) und dem Verfahren D (Ausmessverfahren). Bei dem Verfahren D ist die Verfahrenspräzision zusätzlich vom Nennkorndurchmesser abhängig. In die Auswertung wurde ausschließlich die Raumdichte von Marshall-Probekörpern einbezogen. Bohrkernproben waren nicht Gegenstand des Forschungsprojekts.
- Die Unterscheidung zwischen den Verfahren der Bestimmung der Raumdichte wirkt sich auf die Verfahrenspräzision des Hohlraumgehalts ebenfalls aus.
- Überraschenderweise wurden für die Verfahrenspräzision unter Wiederholbedingungen des Erweichungspunkts Ring und Kugel am rückgewonnenen Bitumen aus Straßenbaubitumen einerseits und Polymermodifiziertem Bitumen andererseits keine Unterschiede gefunden. Anzumerken ist aber, dass der Datenumfang allgemeingültige Aussagen zur Verfahrenspräzision rückgewonnenem viskositätsveränderten Bindemittels und PmB der Sorte 40/100-65 A nicht zulässt.
- Bei der Verfahrenspräzision für den Kennwert Anteil grober Gesteinskörnungen wird zwischen Asphaltgemischen mit einem Nennkorndurchmesser bis 16 mm und über 16 mm unterschieden.
- Eine Unterscheidung in zwei Gruppen von Asphalten ergab auch die Analyse des Grobkornanteils. Zu unterscheiden ist hierbei in Asphaltgemische mit einem Nennkorndurchmesser bis zu 11,2 mm einerseits und Asphaltgemischen mit einem Nennkorndurchmesser von 16 mm oder darüber andererseits.

Für alle anderen überprüften Kenngrößen wurden keine Abhängigkeiten mit anderen Einflussfaktoren festgestellt.

5. Zusammenfassung

Die Ringuntersuchung hat gezeigt, dass die Bestimmung einiger Merkmalsgrößen gegenüber der Bestimmung nach DIN 1996 offensichtlich durch Verbesserung in der Prüftechnik und der apparativen Ausstattung in den Prüflaboratorien mit einer günstigen Verfahrenspräzision auskommen, andere aber auch mit einer ungünstigen Präzision belegt werden. Bei einer Vielzahl von Prüfverfahren werden aber die bisherigen Verfahrenspräzisionen im Wesentlichen bestätigt.

Die Ergebnisse der Ringuntersuchungen haben Auswirkungen auf die Präzisionsdaten der TP Asphalt-StB aber auch auf die in der ZTV Asphalt-StB genannten Toleranzen.

Die Ringuntersuchung hat einige Fragen aufgeworfen, die noch beantwortet werden müssten. Sie hat aber auch ergeben, dass beim praktischen Gebrauch der TP Asphalt-StB in wenigen Fällen Interpretationsspielräume bleiben, die ausgeschlossen werden müssen.

- Nicht geklärt werden konnte die Verfahrenspräzision der azeotropen Destillation bei der Wassergehaltsbestimmung für Werte von mehr als 0,1 M.-% und für Erweichungspunkte Ring und Kugel über 80 °C, der in Glycerin zu bestimmen ist. Für beide Kennwerte fehlte eine ausreichende Datenbasis.
- Für die Bestimmung des Bindemittelgehalts sind sowohl das Differenzverfahren als auch das Rückgewinnungsverfahren gleichermaßen zulässig. Es ist zu fragen was zu tun ist, wenn beide Werte ermittelt werden.
- Die TP Asphalt-StB, Teil 3 lassen die Bindemittelextraktion sowohl mit Toluol als auch mit Trichlorethen als Lösemittel zu. Die "Toluol-Extraktion" führt auf einen etwas niedrigen Erweichungspunkt Ring und Kugel des rückgewonnenen Bitumens. Hier stellt sich die Frage nach einem Korrekturfaktor.
- Die Verfahrenspräzision viskositätsveränderter Bindemittel und Polymermodifizierter Bitumen der Sorte 40/100-65 A muss auf eine breitere Basis gestellt werden.
- Die Verfahrenspräzision des Raumdichte-Bestimmungsverfahrens D (Ausmessverfahren) muss auch an Bohrkernproben überprüft werden.
- Die Verfahrenspräzision des Grobkornanteils ist insgesamt unbefriedigend, dies ist nicht ein Problem der Korngrößenanalyse sondern ein Problem der Probenahme und der Probenaufteilung. Es ist zu überlegen, ob die Probenahme automatisiert werden kann.

Zur zuverlässigen Umsetzung der Verfahrenspräzision in Toleranzen gemäß ZTV Asphalt-StB ist die Produktionsgenauigkeit von Asphaltmischwerken unter Wiederhol- und unter Vergleichsbedingungen systematisch zu erforschen.