

# **Weiterführende Untersuchungen zur Beurteilung des Adhäsionsverhaltens zwischen Bitumen und Gestein**

**Berichte der  
Bundesanstalt für Straßenwesen**

**Straßenbau Heft S 116**

**bast**

# **Weiterführende Untersuchungen zur Beurteilung des Adhäsionsverhaltens zwischen Bitumen und Gestein**

von

Martin Radenberg  
Nina Nytus  
Sabine Boetcher

Lehrstuhl für Verkehrswegebau  
Fakultät für Bau- und  
Umweltingenieurwissenschaften  
Ruhr-Universität Bochum

Ralf Diedel  
Miriam Miebling

Forschungsinstitut für  
Anorganische Werkstoffe –Glas/Keramik - GmbH  
Höhr-Grenzhausen

**Berichte der  
Bundesanstalt für Straßenwesen**

**Straßenbau Heft S 116**

**bast**

Die Bundesanstalt für Straßenwesen veröffentlicht ihre Arbeits- und Forschungsergebnisse in der Schriftenreihe **Berichte der Bundesanstalt für Straßenwesen**. Die Reihe besteht aus folgenden Unterreihen:

A - Allgemeines  
B - Brücken- und Ingenieurbau  
F - Fahrzeugtechnik  
M - Mensch und Sicherheit  
S - Straßenbau  
V - Verkehrstechnik

Es wird darauf hingewiesen, dass die unter dem Namen der Verfasser veröffentlichten Berichte nicht in jedem Fall die Ansicht des Herausgebers wiedergeben.

Nachdruck und photomechanische Wiedergabe, auch auszugsweise, nur mit Genehmigung der Bundesanstalt für Straßenwesen, Stabsstelle Presse und Öffentlichkeitsarbeit.

Die Hefte der Schriftenreihe **Berichte der Bundesanstalt für Straßenwesen** können direkt bei der Carl Schünemann Verlag GmbH, Zweite Schlachtpforte 7, D-28195 Bremen, Telefon: (04 21) 3 69 03 - 53, bezogen werden.

Über die Forschungsergebnisse und ihre Veröffentlichungen wird in der Regel in Kurzform im Informationsdienst **Forschung kompakt** berichtet. Dieser Dienst wird kostenlos angeboten; Interessenten wenden sich bitte an die Bundesanstalt für Straßenwesen, Stabsstelle Presse und Öffentlichkeitsarbeit.

Ab dem Jahrgang 2003 stehen die **Berichte der Bundesanstalt für Straßenwesen (BAST)** zum Teil als kostenfreier Download im elektronischen BAST-Archiv ELBA zur Verfügung.  
<http://bast.opus.hbz-nrw.de>

## **Impressum**

**Bericht zum Forschungsprojekt FE 07.0261/2012/BRB:**  
Weiterführende Untersuchungen zur Beurteilung des Adhäsionsverhaltens zwischen Bitumen und Gestein

### **Fachbetreuung**

Volker Hirsch

### **Herausgeber**

Bundesanstalt für Straßenwesen  
Brüderstraße 53, D-51427 Bergisch Gladbach  
Telefon: (0 22 04) 43 - 0  
Telefax: (0 22 04) 43 - 674

### **Redaktion**

Stabsstelle Presse und Öffentlichkeitsarbeit

### **Druck und Verlag**

Fachverlag NW in der  
Carl Schünemann Verlag GmbH  
Zweite Schlachtpforte 7, D-28195 Bremen  
Telefon: (04 21) 3 69 03 - 53  
Telefax: (04 21) 3 69 03 - 48  
[www.schuenemann-verlag.de](http://www.schuenemann-verlag.de)

ISSN 0943-9323

ISBN 978-3-95606-356-5

Bergisch Gladbach, Oktober 2017

## Kurzfassung – Abstract

### Weiterführende Untersuchungen zur Beurteilung des Adhäsionsverhaltens zwischen Bitumen und Gestein

Die Dauerhaftigkeit der Straßen hängt maßgeblich vom Haftverhalten zwischen dem Bitumen und der Gesteinskörnung ab. Seit Jahrzehnten wird das Haftverhalten unterschiedlicher Gesteine und Bitumen mit diversen Prüfverfahren untersucht. Eine Quantifizierung der Einflussfaktoren konnte bisher nicht erreicht werden, jedoch hat das Gestein nach den Ergebnissen des AiF-Forschungsprojektes IGF 16639N einen größeren Einfluss auf die Adhäsion als das Bitumen [RADENBERG et al., 2014].

Im Rahmen dieses Projektes soll die Komponente Gestein genauer untersucht werden und der Einfluss der verschiedenen Gesteinseigenschaften auf die Adhäsion quantifiziert werden. Ein Fokus der Forschungsaufgabe ist dabei, zu untersuchen, ob der Parameter Zeta-Potential dazu dienen kann, die Wechselwirkung zwischen Bitumen und Gesteinsaggregaten zu beschreiben. Aus der Literatur geht hervor, dass niedrige Potenzialdifferenzen zwischen Bitumen und Gestein auf eine gering wirksame adhäsive Bindung/elektrostatische Wechselwirkung hindeuten und z.B. bei gleichsinniger Ladung sogar zur gegenseitigen Abstoßung von Gesteinsoberfläche und Bitumenmolekülen führen. Die Untersuchungen von [LABIB, 1992] zeigen, dass Bitumenemulsionen negative Zeta-Potentiale aufweisen.

Bei den Rolling-Bottle-Versuchen konnte ein signifikanter Einfluss der Gesteinseigenschaften insbesondere des Zeta-Potentials und des Ca-Anteils der löslichen Salze auf den Umhüllungsgrad festgestellt werden.

Der Schüttelabriebversuch hat sich mit den hier gewählten Randbedingungen als ungeeignet für die Quantifizierung möglicher Einflussfaktoren erwiesen. Ebenso konnten mit der Tropfenkonturanalyse weder Einflüsse aus den Gesteinseigenschaften noch aus den Bitumeneigenschaften als maßgeblich quantifiziert werden. Dennoch kann grundsätzlich eine Aussage über das Haftverhalten zwischen Bindemittel und Gestein getroffen werden. Weiterhin kann die Wirkung von Wasser auf das Haftverhalten messtechnisch erfasst werden.

Die Versuche zur Haftgrenztemperatur zeigen, dass der pH-Wert des Wassers einen Einfluss auf die Haftgrenztemperatur (HGT) ausübt. Mit abneh-

menden pH-Wert sinkt bei dem Diabas und der Grauwacke das Zeta-Potential (Betrag). Je höher das Zeta-Potential (Betrag) ist, desto geringer ist die Haftgrenztemperatur.

### Further investigations on assessment of adhesion behaviour between bitumen and aggregate

The street's durability depends on the bonding between bitumen and aggregates. This bonding is a research topic since decades; several test methods were used to quantify the mainly influencing factors without closing success. The results of the IGF-project no. 16639 N / 1 funded via AiF showed that aggregates have a larger influence on the adhesion as bitumen [RADENBERG et al., 2014].

The project's aim is a detailed analysis of the component aggregate and to quantify the different aggregate properties' influence on the adhesion. The focus is on the parameter zeta potential and the investigation whether the zeta potential can be used to describe the bitumen and aggregate interaction.

With the rolling-bottle-test a significant influence of the aggregates - particularly of the zeta potential and the soluble salts' calcium carbonate content – on the covering could be determined.

The abrasion test with the used boundary conditions proved to be improper to quantify the possible influencing factors. Also no influencing bitumen and aggregate properties affecting the contact angle could be found. However, by the contact angle measurement fundamental conclusions about the bonding between bitumen and aggregate can be detected. Although the water effect on the bonding can be measured.

The tests to determine the bonding limit temperature (BLT) showed an influence of the pH value on the BLT. With decreasing pH value the zeta potential (amount) of diabase and greywacke decreases and the higher the zeta potential (amount) the lower is the BLT.



## Summary

### Further investigations on assessment of adhesion behaviour between bitumen and aggregate

#### 1 Introduction

The street's durability depends on the bonding between bitumen and aggregates. This bonding is a research topic since decades; several test methods were used to quantify the mainly influencing factors without closing success. The results of the IGF-project no. 16639 N / 1 funded via AiF showed that aggregates have a larger influence on the adhesion as bitumen [RADENBERG et al., 2014].

The research of [LABIB, 1992] shows, that the Zeta potential measurement of aggregates and bitumen can be used to describe the interaction between both asphalt components. According to the electrostatic model, an opposed opposite charge (high potential difference), e.g. the positive loaded charged limestone, has a positive influence on the bonding with a negative loaded charged bitumen emulsion.

For the interpretation of the zeta potential it's important to express the results as zeta potential-pH curves because the aggregate surface's and bitumen emulsions' charges can be highly changed by the pH value.

Generally it was established, that a better bonding could be achieved between bituminous binders and basic aggregates (e.g. calcium carbonate) than between bituminous binders and acid aggregates (e.g. quartz) [BAGAMPADDE et al 2003].

#### 2 Purpose

The project's aim is a detailed analysis of the component aggregate and to quantify the different aggregate properties' influence on the adhesion. The focus is on the parameter zeta potential and the investigation whether the zeta potential can be used to describe the bitumen and aggregate interaction.

Aggregates with a huge spectrum of their properties (chemistry, mineralogy, zeta potential and particle surface charge) were chosen to achieve a good basic for the interaction's analysis. These Aggregates were also typically used for road construction in Germany.

The bitumen selection was made, so that the chemical composition also has a huge spectrum and a different adhesion behaviour could be expected. In order to eliminate the viscosity influence only bitumen of the type 50/70 were used.

For the adhesion behaviour's evaluation the following test methods were used: rolling-bottle-test, bonding limit temperature, abrasion test, contact angle measurement and a new developed test method, which uses the dynamic shear rheometer.

Furthermore the influence of the aggregate's storage time and the influence of adhesion promoters on the bonding between bitumen and aggregate were determined.

## 3 Research Methodology

### 3.1 Materials

#### 3.1.1 Bitumen

The bitumen selection was based on the different results of the bitumen's chemical composition (SARA fractionation, composition of the asphaltenes) originated from the IGF-project no. 16639 N / 1 [RADENBERG et al., 2014]: "Influence of chemical, rheological and physical bitumen properties on the adhesion behaviour of different aggregates".

Four different bitumen were chosen, which have a huge spectrum of their chemical composition and additionally a bitumen was used, which was produced with nearly 100 % crude oil from Venezuela.

#### 3.1.2 Aggregates

In the investigations of the influencing factors on the aggregates' side four different aggregates should be chosen which have a huge properties' spectrum and are suspected to have an essential influence on the bonding between bitumen and aggregates. Therefore the following properties are in focus:

- SiO<sub>2</sub>- and quartz content
- Zeta potential

At first the following seven aggregate types were characterized in detail:

- Basalt
- Diabase
- Granite
- Greywacke

- Limestone
- Rhyolite
- Quarzite

## 3.2 Bitumen tests

### 3.2.1 Physical test methods

The following test methods were used for the bitumen's physical description:

- Needle penetration before and after ageing with RTFOT [DIN EN 1426],
- Softening point ring and ball before and after ageing with RTFOT [DIN EN 1427],
- Fraass breaking point [DIN EN 12593],
- Complex shear modulus  $G^*$  and phase angle  $\delta$  between -20 to 150 °C [DIN EN 14770]
- Creep-stiffness  $S$  and the  $m$ -value at -25 °C, -16 °C and -10 °C [DIN EN 14771]
- Surface energy with the contact angle „Pendant-Drop-Method“

### 3.2.2 Chemical test methods

The following chemical properties were determined:

- SARA fractionation,
- Composition of the asphaltenes
- Xylol number
- Paraffin content
- Analysis of the elements

## 3.3 Aggregate tests

For the aggregate's characterization the following tests were done respectively the following specific values were determined:

- Particle Size Distribution [DIN 66165-1], [DIN 66165-2] and [DIN EN 725-5]
- Specific gravity
- Specific surface BET [DIN ISO 9277]
- Surface energy with the contact angle
- Chemical-mineralogical analysis:  
X-ray fluorescence analysis [DIN 51001], [DIN EN ISO 12677],  
X-ray diffraction for a qualitative mineral analysis and a semi-quantitative quartz determination [DIN EN 13925-1] and determination of soluble salts with the leachability method [DIN 38414-4]
- Zeta potential [FGK-AV Zeta-Potential]
- Specific surface charge

The zeta-potential measurement was done according to [FGK-AV Zeta-Potential] with the measurement device DT1200 of the company Dispersion Technology (DT) (electro acoustic

method). The samples, used for this measurement, should have a size  $\ll 100 \mu\text{m}$ , so that this method can only be used for ground samples.

Due to pulsed ultrasonic waves produced by the measuring sensor the particles in suspension are made to vibrate. This induces displacements of the electrical double layer surrounding each charged particle. Thus, temporary dipole moments are created which add to a measureable alternating current - the colloid vibration current (CVI). Based on the measured CVI the Zeta-potential can be calculated.

Furthermore the aggregate samples were examined regarding their specific surface charge using the Particle Charge Detector (PCD03, BTG Instruments).

In contrast to the Zeta-potential method both ground and originally coarse samples can be characterized by PCD applying a special back titration technique. Information regarding the charge properties on fine grained as well as coarse aggregates can thus be gained.

## 3.4 Adhesion behaviour tests

### 3.4.1 Rolling-Bottle-Test

The rolling-bottle-test was conducted according to [DIN EN 12697-11]. For the tests, the grain fraction 5/8 mm was chosen, because with this fraction results with a higher accuracy of the PCD-measurements were expected. The grade of residual coating was determined after 6, 24 and 48 h. In addition to the visual estimation, the evaluation was supported by a photo optical analysis.

### 3.4.2 Abrasion test

The testing device according to [DIN EN 12274-7] was used for the abrasion tests. Alternative to [DIN EN 12274-7] the test specimens were made with the aggregate fraction 0.5/2 mm of one aggregate type. Because of this the influence of filler and dust could be eliminated. The bitumen content was selected during preliminary tests with diabase, so that an air void content of  $33 \pm 1 \text{ Vol.-%}$  was achieved. For the other aggregate types the bitumen content was adapted with the factor  $\alpha$  ( $\alpha = \frac{2,650}{\rho_p}$ ).

These adapted bitumen contents are summarized in Tab. 1.

Aggregate	Binder content ((w/w)%)
Diabase	4,8
Greywacke	5,1
Quartzite	5,1
Limestone	5,1

Tab. 1: Binder content for abrasion test

### 3.4.3 Drop-shape analysis

For the quantification of the interaction between bitumen and aggregate the contact angle measurement was used with a high temperature dosing system and a high temperature chamber. The used measurement device was a DSA 100 of the company Krüss. The spreading behaviour was determined with the “sessile-drop” method over 120 seconds. The adhesion work was calculated with the results according to the modified equation of Young–Dupré [VAN OSS et al., 1988].

Furthermore, the influence of water on the contact angle was tested with the method of KORN [KORN, 2004]. Therefore, 140 °C hot bitumen were dropped on the aggregate surfaces at room temperature. Based on the high temperature difference high contact angles occurred. To form a bonding, the samples were kept for 10 minutes in an oven at 30 °C over Softening point ring and ball of the respective bitumen. After 5 minutes cooling, the samples were put for 120 minutes in water, which has a temperature 5 °C under the Softening point ring and ball of the respective bitumen. With the difference of the contact angle at the beginning and at the end of water immersion conclusions about the bonding behaviour could be drawn.

### 3.4.4 Bonding limit temperature

With the following test method, which determines the bonding limit temperature, the pH-value's influence on the bonding between bitumen and aggregate was analyzed. For this test method, the aggregate fraction 5/8 mm was covered with bitumen according to [DIN EN 12697-11] and given in a beaker filled with water. The temperature was heightened by 5 °C every 24 h to test at which temperature the first bitumen displacements could be detected. The temperature, at which a covering degree of 90 % according to [DIN EN 12697-11] was achieved, and the corresponding complex shear modulus were determined. After the first bitumen displacement the temperature was still heightened

by 5 °C every 24 h to evaluate the further displacement behaviour of the respective bitumen-aggregate-combination. This test method was conducted with the following variations:

- The four final chosen aggregates types at a pH-value of 5 (deionized water)
- The four final chosen aggregates types at a pH-value corresponding to their isoelectric point (IEP)
- Greywacke and diabase at a pH-value of 2 and 4

### 3.4.5 New developed test method

A new test method was developed at the RUB, which uses the possibilities of the dynamic shear rheometer (DSR). Therefore, a bitumen sample is fixed between two stone samples and force-locking connected. Prior to that, the stone samples were fixed on the upper oscillating plate and in a water tank (figure 1). With the DSR an oscillating shear stress can be applied. By the use of the water tank, the test can be also done with wet conditions. The test temperature depends on the kind of bitumen because the bitumen's equistiffnesstemperature (EST) is used. Thereby the viscosity influence on the bonding is minimized.

During this project, only bitumen 50/70 were tested, so that a test temperature of 20 °C was chosen. This allows also a comparison between the results of this test method and the results of the rolling-bottle-test and the abrasion tests. Instead of stone samples samples of silica glass (diameter 25 mm) were used, because they can be categorized as critical due to their high silica content. Thereby the influence of aggregates' porosity and a possible interlocking between aggregate and bitumen can be eliminated, so that the bonding is mainly affected by the chemical bitumen properties.

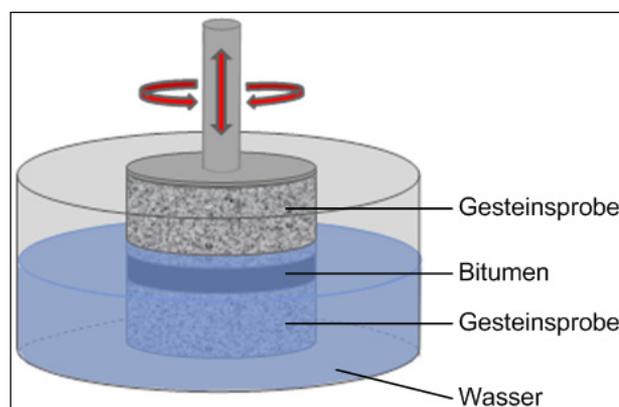


Figure 1: Schematic construction of the new test method [Radenberg et al. 2012]

## 3.5 Final material selection

### 3.5.1 Aggregates

For the following tests, the aggregates limestone, diabase, quartzite and greywacke were chosen. These four aggregates covering the whole spectrum of quartz content and zeta potential (figure 2) as well as the other aggregate properties (e.g. specific surface charge - figure 3).

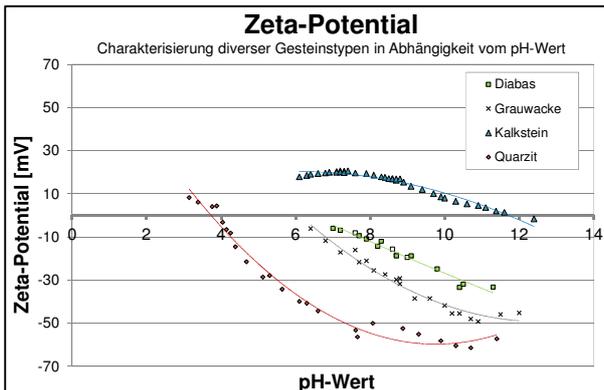


Figure 2: Zeta potential of the aggregates

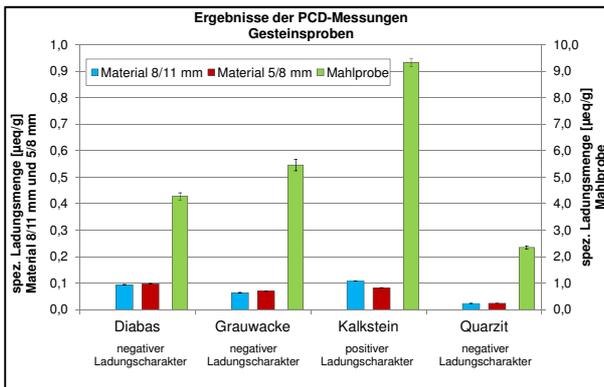


Figure 1: Specific surface charge characterization of the four chosen aggregate types with PCD

## 3.6 Influence of the aggregate's storage time on the aggregates' zeta-potential, surface charge and adhesion

[HARDERS, NÖSLER, 2003; HIRSCH, FRIEMEL-GÖTTLICH, 2009] describe, that aggregates, which have been stored for a longer time, have a lower tendency for stripping than fresh crushed aggregates. To explore this thesis, the four final selected aggregates were stored for four weeks under defined storage- and climatic-conditions and tested regarding to their bonding behaviour, zeta potential and specific surface charge. These tests should answer the question, if the zeta potential- and PCD-measurements and the selected adhesion test methods can be used to detect and characterize changes in the adhesion behaviour.

## 3.7 Influence of adhesion promoters on the bonding between bitumen and aggregate

The use of adhesion promoters, which should affect the bonding between bitumen and aggregates positively, is considered - especially if aggregates, which are known as critical regarding their bonding behaviour, could be utilized.

The products on the market are mostly primary amine or rather amide [HIRSCH, 2009]. They are surfactant and changes the polarity of the bitumen surface, so that between bitumen and aggregates large forces (Coulomb-Forces) occur and a chemical bonding at the aggregate surface can be developed. [NEHRINGS, 2009]. In addition to a better wettability these products may be able to reduce negative effects of water (e.g. stripping).

Apart from the described adhesion promoters, also additives, which changes the viscosity and typically are used for low-temperature asphalt, may be effect the bonding properties positively due to their chemical similarity.

In the investigation two adhesion promoters (in the following Z.1 and Z.2) and one viscosity changing additive (Z.3) were chosen to determine their influence on the adhesion. Based on the previous results the tests were done with the bitumen A.2 and V.2 plus the aggregates quartzite and limestone. The additive amount depends on the producer's recommendations for bitumen 50/70.

As test method to determine the additives' influence on adhesion the rolling-bottle-tests [DIN EN 12697-11] with the fraction 5/8 mm was chosen. The grade of coverage was evaluated after 6, 24 and 48 h. And with the drop-shape analysis using the "pendant-drop" method the surface tension of the bitumen plus additive was measured and the spreading behaviour of bitumen plus additive on the aggregate surface was analyzed with the "sessile-drop" method. With these results the adhesion work was calculated to evaluate the bonding behaviour.

## 4 Results and Evaluation

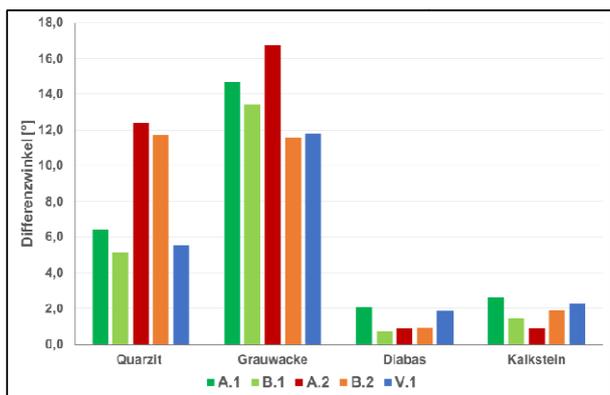
### 4.1 Adhesion tests

With the rolling-bottle-test a significant influence of the aggregates - particularly of the zeta potential and the soluble salts' calcium carbonate content - on the covering could be determined. A more detailed quantification is possible after a rolling time of 48 h (Tab. 2).

For the correlation used parameter		R <sup>2</sup> by covering grade after 24 h	R <sup>2</sup> by covering grade after 48 h
Porosity		0,0002	0,00002
Soluble salts	Ca	0,4978	0,6842
	K	0,0355	0,0582
	Mg	0,4826	0,6521
	Na	0,0142	0,0077
	Cl	0,1129	0,1969
	SO <sub>4</sub>	0,3110	0,3902
Quartz		0,4205	0,6158
Content of SiO <sub>2</sub>		0,2303	0,3786
Content of Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>		0,0686	0,0607
Content of Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>		0,0740	0,0672
Content of CaO		0,0889	0,1745
Zeta potential		0,4696	0,7237
Specific surface charge 5/8 mm		0,0999	0,0040

**Tab. 2:** Coefficient of determination R<sup>2</sup> of the correlation of aggregates' properties with covering grade after 24 h and 48 h

The abrasion test with the used boundary conditions proved to be inappropriate to quantify the possible influencing factors. Also no influencing bitumen and aggregate properties affecting the contact angle could be found. However, by the contact angle measurement fundamental conclusions about the bonding between bitumen and aggregate can be detected. Although the water effect on the bonding can be measured (figure 4). But the results were influenced by the roughness and microstructure of the aggregate plates, therefore this should be considered.

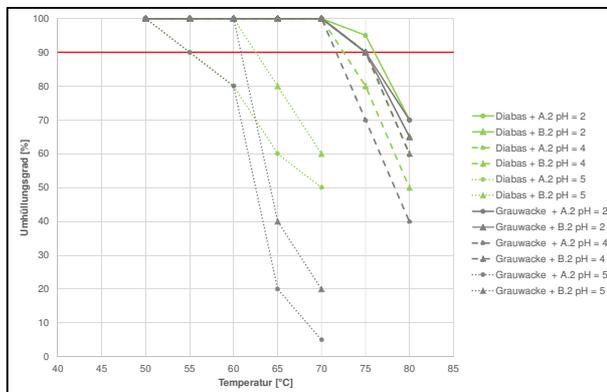


**Figure 4:** Difference-angle after 2 h water immersion

Low adhesion work and high difference-angles were determined for the greywacke that suggest a bad adhesion behaviour, but this couldn't be confirmed with the rolling-bottle-test.

The tests to determine the bonding limit temperature (BLT) showed an influence of the pH

value on the BLT. With decreasing pH value the zeta potential (amount) of diabase and greywacke decreases and the higher the zeta potential (amount) the lower is the BLT (figure 5).



**Figure 2:** Influence of the pH-value on the bonding limit temperature by diabase and greywacke

No significant influence of the zeta potential could be determined with the tests at the same pH-value. The BLT decreases with increasing complex shear modulus ( $G^*$ ) and quartz content and the BLT increases with increasing Ca-content of the soluble salts and SO<sub>4</sub>-content of the aggregates. The detected influence of  $G^*$  contradict the statements from the literature. According to that, bitumen with a higher viscosity can be harder replaced by water but a lower viscosity affects the wettability positively, because of a lower surface tension. This effect can result in better interlocking between aggregate and bitumen, so that a higher water temperature is necessary for a bitumen displacement if the stiffness is lower. [MAJIDZADEH, BROVOLD 1968].

#### 4.2 Influence of the aggregate's storage time on the aggregates' zeta-potential, surface charge and adhesion

With the tests no significant influence of the aggregate's storage time on the zeta potential (figure 6), the specific surface charge (figure 7) and the adhesion behaviour could be determined. For future investigations the boundary conditions should be tightened.

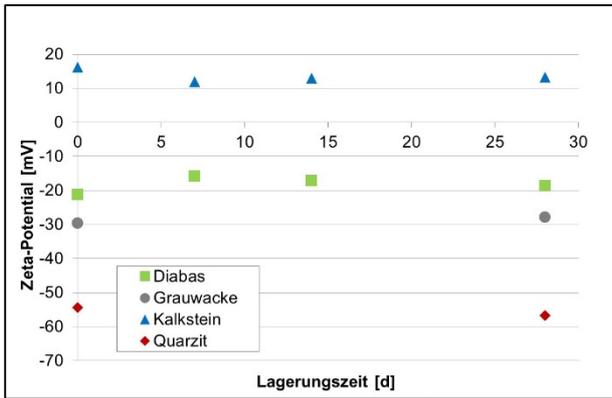


Figure 3: Zeta potential depending on the storage time

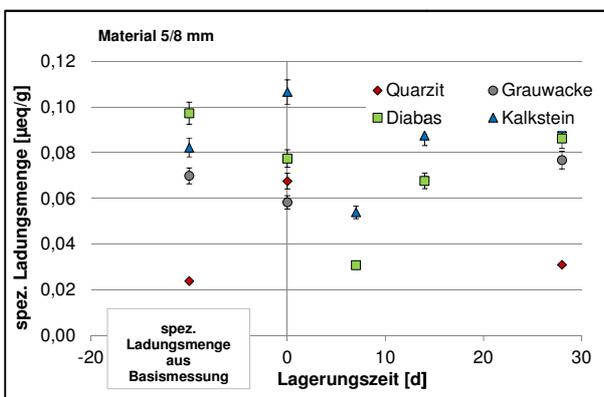


Figure 4: PCD-measures 5/8 mm charging limestone: positive, charging quarzite, diabase and greywacke: negative

### 4.3 Influence of adhesion promoters on the bonding between bitumen and aggregate

The results of the rolling-bottle-test as well as the contact angle measurements show an influence of the additives. This effect is greater by the quartzite than by the limestone. The tests with quartzite and bitumen A.2 have shown no influence of the viscosity changing additive Z.3 on the adhesion behaviour (Figure 5).

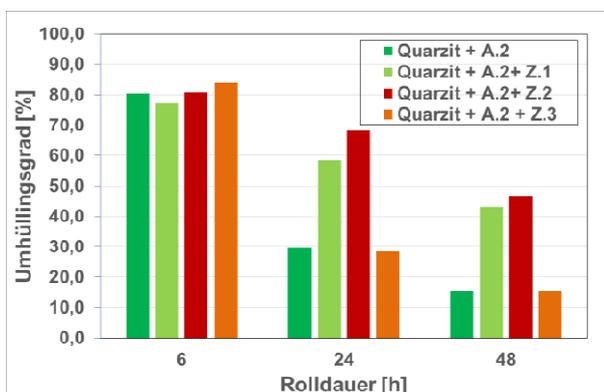


Figure 5: Influence of additives on the coverage degree by quartzite and bitumen A.2

The reduction of the surface tension by the use of these additives can be seen clearly (figure 9). This reduction is most pronounced with the adhesion promoter Z.1 and with Z.3 the least.

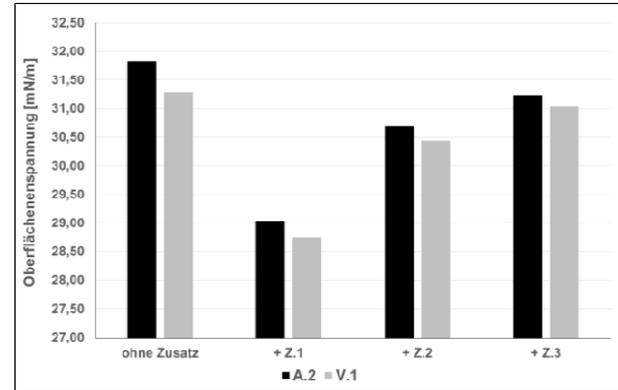


Figure 6: Surface tension of the bitumen plus additives

The contact angles of the bitumen A.2 and V.1 with and without the additives on the aggregate surfaces quartzite and limestone are shown in figure 10.

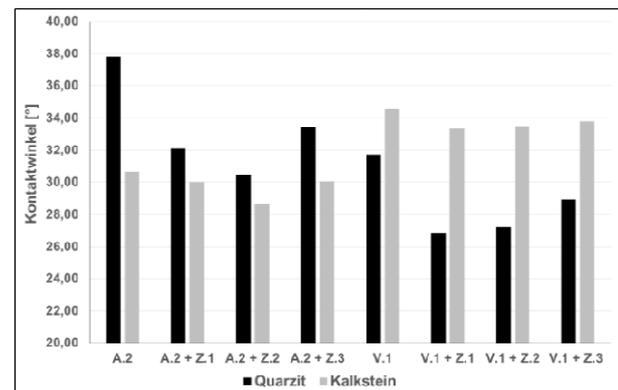


Figure 7: Contact angles of the bitumen A.2 and V.1 with and without the additives

The contact angle on both surfaces decreases with the three additives, which can be equalized with a better bonding behaviour. The influence is the lowest by bitumen V.1 and limestone and is generally lower than by the quartzite surface. This punctuates the assumption that adhesion promoters are more effective on the quartz surfaces.

Both test methods show an improvement of the bonding behaviour by the additives that with the additives an improvement of the bonding behaviour could be achieved and consequently both methods are appropriate to quantify the influence.

## 5 Conclusions

Aim of the project was the precise examination of the component aggregate and quantification of the influence of different aggregate properties on the adhesion.

Results of rolling-bottle-tests show a significant influence of the aggregate properties - particularly of the zeta potential and the soluble salts' calcium carbonate content – on the covering. A more precise quantification is given after a rolling time of 48 h.

Because the mechanical stress component predominates, the abrasion test isn't appropriate under the chosen boundary conditions.

Also drop-shape analyses don't show clear influence of aggregate or bitumen properties on the results. They are obviously influenced by micro texture and roughness of the polished stone surface.

Exemplary determination of a difference-contact angle (changes due to water influence) shows the highest degree of differentiation of contact angle measurements. Therefore, these approaches should be pursued in order to improve the validity of the test procedure.

Influence of promoters could be determined both in the results of rolling-bottle-tests and contact angle measurements, whereas the impact is higher on quartzite than on limestone.

The bonding limit temperature (BLT) is influenced by the pH value. With decreasing pH value the zeta potential (amount) of diabase and greywacke decreases and the higher the zeta potential (amount) the lower is the BLT.

Generally, project results show, when reviewing the different adhesion procedures of different aggregates, that further conclusions could be drawn by consideration of mineralogy and chemism derived from the range of minerals.

Up to now there is no conclusive explanation for the behaviour of greywacke which is classified as less critical concerning adhesion. However, "greywacke" is a term, which can vary in a wide chemical / mineralogical range because of its genesis. Among other things it could contain carbonates, which could be a reason for a better adhesion behaviour.

Further aggregate tests should concentrate on zeta potential and charge measurements of more aggregates and first zeta potential tests of pure rock forming minerals like quartz or dolomite in

order to increase the validity of the test methods and to assess the suitability of the aggregates.

This should be accompanied by more bitumen tests regarding the adhesion behaviour between bitumen and single minerals.

Within this project only aggregates with similar porosities were tested. In order to quantify the influence of porosity, one aggregate (e.g. rhyolite) with different porosities should be examined.

One more object for quantifying the influence solely of the bitumen could be tests with synthetical surfaces having defined characteristics. Suitable tests for that would be drop-shape analysis and the new developed test method- after establishment of an assessment background.

Moreover charge measurement by PCD should be followed up because with it the question of interaction between both adhesion components could be answered correctly.

## 6 Literature

DIN EN 725-5: Hochleistungskeramik – Prüfverfahren für keramische Pulver – Teil 5: Bestimmung der Teilchengrößenverteilung, Beuth Verlag, Berlin, Ausgabedatum: 2007

DIN EN 1097-6: Prüfverfahren für mechanische und physikalische Eigenschaften von Gesteinskörnungen - Teil 6: Bestimmung der Rohdichte und der Wasseraufnahme, Beuth Verlag, Berlin, Ausgabedatum: 2013

DIN EN 1426: Bitumen und bitumenhaltige Bindemittel - Bestimmung der Nadelpenetration, Beuth Verlag, Berlin, Ausgabedatum: 2013

DIN EN 1427: Bitumen und bitumenhaltige Bindemittel - Bestimmung des Erweichungspunktes - Ring- und Kugel-Verfahren, Beuth Verlag, Berlin, Ausgabedatum: 2013

DIN EN 12274-7: Dünne Asphaltsschichten in Kaltbauweise - Teil 7: Schüttel-Abriebprüfung, Beuth Verlag, Berlin, Ausgabedatum: 2005

DIN EN 12593: Bitumen und bitumenhaltige Bindemittel - Bestimmung des Brechpunktes nach Fraaß; Beuth Verlag, Berlin, Ausgabedatum: 2013

DIN EN 12697-11: Asphalt - Prüfverfahren für Heißasphalt - Teil 11: Bestimmung der Affinität

- 
- von Gesteinskörnungen und Bitumen, Beuth Verlag, Berlin, Ausgabedatum: 2012
- DIN EN 13925-1: Zerstörungsfreie Prüfung - Röntgendiffraktometrie von polykristallinen und amorphen Materialien – Teil 1: Allgemeine Grundlagen, Beuth Verlag, Berlin, Ausgabedatum: 2003
- DIN EN 14770: Bitumen und bitumenhaltige Bindemittel - Bestimmung des komplexen Schermoduls und des Phasenwinkels - Dynamisches Scherrheometer (DSR), Beuth Verlag, Berlin, Ausgabedatum: 2012
- DIN EN 14771: Bitumen und bitumenhaltige Bindemittel - Bestimmung der Biegebiegesteifigkeit - Biegebalkenrheometer (BBR), Beuth Verlag, Berlin, Ausgabedatum: 2012
- DIN 38414-4: Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung; Schlamm und Sedimente (Gruppe S); Bestimmung der Eluierbarkeit mit Wasser (S 4), Beuth Verlag, Berlin, Ausgabedatum: 1984
- DIN 51001: Prüfung oxidischer Roh- und Werkstoffe - Allgemeine Arbeitsgrundlagen zur Röntgenfluoreszenz-Analyse (RFA), Beuth Verlag, Berlin, Ausgabedatum: 2003
- DIN 66165-1: Partikelgrößenanalyse; Siebanalyse; Grundlagen, Beuth Verlag, Berlin, Ausgabedatum 1987
- DIN ISO 9277: Bestimmung der spezifischen Oberfläche von Festkörpern mittels Gasadsorption - BET-Verfahren, Beuth Verlag, Berlin, Ausgabedatum: 2014
- DIN EN ISO 12677: Chemische Analyse von feuerfesten Erzeugnissen durch Röntgenfluoreszenz-Analyse (RFA) - Schmelzaufschluss-Verfahren, Beuth Verlag, Berlin, Ausgabedatum: 2013
- FGK-Arbeitsvorschrift Basismessung: Bestimmung des Zeta-Potentials im Initialzustand der Suspension
- FGK-Arbeitsvorschrift Titrationsmessung: Bestimmung des Zeta-Potentials in Abhängigkeit des pH-Werts bzw. von Additivzugabe
- BAGAMPADDE, U.; KIGGUNDU, B.M.: Fundamentals of Stripping in Bituminous Pavements – State of the Art, Research Report Trita-VT AR 03:01, Stockholm, 2003
- HARDERS, O.; NÖSLER, I.: Einfluss der Oberflächenaktivität von Mineralstoffen auf das Gebrauchsverhalten von Walzasphalt, Arbeitsgemeinschaft der Bitumen-Industrie e.V. (ARBIT), Bitumen, 65, 1, 2003
- HIRSCH, V.; FRIEMEL-GÖTTLICH, B.: Bestimmung des adhäsiven Potentials von Bitumen und Gesteinsoberflächen mit Hilfe der Kontaktwinkelmeßmethode, Straßenbau Heft S 59, Berichte der Bundesanstalt für Straßenwesen, 2009
- KORN, S.: Beurteilung der Benetzbarkeit und des Adhäsionsvermögens von Bitumen an Mineralstoffen mittels Kontaktwinkelmessungen. Diplomarbeit. Hamburg. Hochschule für angewandte Wissenschaften, Fachbereich Bauingenieurwesen, 06/2004
- LABIB, M.E.: Asphalt-aggregate interactions and mechanism for water stripping. Prep. Pap. American Chemical Society, Div. Fuel Chemistry 37 (3), 1992
- MAJIDZADEH, K.; BROVOLD, F. N.: Special Report 98: State of the Art: Effect of Water on Bitumen - Aggregate Mixtures, HRB, National Research Council, Washington D.C., 1968, übersetzt von Gragger, Schriftenreihe der Ilseder Schlackenverwertung Dr. Schmidt & CO. KG, Heft 11, 1971
- NEHRINGS; A.: Affinitätsproblem zwischen Gestein und Bitumen, Lösungsansatz: Einsatz von Haftvermittlern, Giesel Verlag GmbH, asphalt, Heft 4, 2009
- RADENBERG, M., RUBE, N., MALKOC, G.: Development of a new direct adhesion test method. Accepted Congress Paper, 5. Euroasphalt & Eurobitumen Congress 2012 Proceedings
- RADENBERG, M.; NYTUS, N.; GEHRKE, M.: Einfluss der chemischen, rheologischen und physikalischen Grundeigenschaften von Straßenbaubitumen auf das Adhäsionsverhalten unterschiedlicher Gesteinskörnungen, IGF-Vorhaben 16639 N/1, 2014
- VAN OSS, C. J.; CHAUDHURY, M. K., and GOOD, R. J.: Interfacial Lifshitz-van der Waals and polar interactions in macroscopic systems. Chemical Review, 88, 927, 1988

## Inhalt

<b>1</b>	<b>Einleitung und Problemstellung</b> .....	<b>15</b>
<b>2</b>	<b>Zielsetzung</b> .....	<b>15</b>
<b>3</b>	<b>Theoretische Grundlagen und Stand der Kenntnisse</b> .....	<b>16</b>
3.1	Haftverhalten zwischen Bitumen und Gestein .....	16
3.1.1	Adhäsions- und Versagenstheorien ..	16
3.1.2	Einflussfaktoren.....	17
<b>4</b>	<b>Untersuchungsmethodik</b> .....	<b>18</b>
4.1	Vorauswahl der Materialien.....	18
4.1.1	Bitumen .....	18
4.1.2	Gesteine .....	19
4.2	Bitumenuntersuchungen .....	19
4.2.1	Physikalische Prüfverfahren.....	19
4.2.2	Chemische Prüfverfahren.....	19
4.2.3	Ladungsmessungen .....	20
4.3	Gesteinsuntersuchungen .....	20
4.3.1	Probenpräparation.....	20
4.3.2	Basischarakterisierung.....	21
4.3.3	Untersuchungen zur Oberflächenspannung der Gesteine.	21
4.3.4	Untersuchungen zum Zeta-Potential und zur Oberflächenladung .....	22
4.4	Versuche zum Haftverhalten .....	23
4.4.1	Rolling-Bottle-Test.....	23
4.4.2	Schüttelabriebversuch.....	24
4.4.3	Tropfenkonturanalyse.....	25
4.4.4	Bestimmung der Haftgrenztemperatur .....	25
4.4.5	Neu entwickeltes Prüfverfahren .....	26
4.5	Abschließende Auswahl der Materialien ..	26
4.5.1	Gesteine .....	26
4.6	Einfluss der Lagerungszeit der Gesteine auf das Zeta-Potential bzw. die Ladungsmenge und das Haftverhalten .....	27
4.7	Einfluss von Haftverbesserern auf das Haftverhalten .....	28
<b>5</b>	<b>Versuchsergebnisse</b> .....	<b>28</b>
5.1	Bitumeneigenschaften .....	28
5.1.1	Physikalische Eigenschaften .....	28
5.1.2	Chemische Eigenschaften .....	29
5.1.3	Ladungsmessungen an Bitumenproben mittels PCD .....	30
5.2	Gesteine .....	30
5.2.1	Kornverteilung und spezifische Oberfläche .....	30
5.2.2	Chemisch-mineralogische Analysen.	31
5.2.3	Sonstige Gesteinskennwerte .....	33
5.2.4	Untersuchungen zur Oberflächenspannung .....	33
5.2.5	Untersuchungen zum Zeta-Potential und zur Oberflächenladung .....	34
5.3	Ergebnisse der Haftversuche.....	36
5.3.1	Ergebnisse der Rolling-Bottle-Tests .	36
5.3.2	Ergebnisse der Schüttelabriebversuche .....	36
5.3.3	Ergebnisse der Tropfenkonturanalyse .....	36
5.3.4	Ergebnisse der Bestimmung der Haftgrenztemperatur .....	37
5.3.5	Ergebnisse des neu entwickelten Prüfverfahrens .....	38
5.4	Einfluss der Lagerungszeit der Gesteine auf das Zeta-Potential bzw. die Ladungsmenge und das Haftverhalten .....	39
5.5	Einfluss von Haftverbesserern auf das Haftverhalten .....	41
<b>6</b>	<b>Bewertung der Versuchsergebnisse</b> .....	<b>42</b>
6.1	Bewertung der Ergebnisse der Rolling-Bottle-Tests .....	42
6.2	Bewertung der Schüttelabriebversuche ...	43
6.3	Bewertung der Tropfenkonturanalyse .....	44
6.4	Bewertung der Ergebnisse zur Bestimmung der Haftgrenztemperatur .....	44
6.4.1	Versuche bei pH-Werten entsprechend des Isoelektrischen Punktes.....	44
6.4.2	Alle Versuche bei einem pH-Wert = 5 .....	45
6.4.3	Veränderung des pH-Wertes und damit des Zeta-Potentials.....	45

---

6.5	Bewertung der Ergebnisse des neu entwickelten Prüfverfahrens .....	46
6.6	Bewertung der Ergebnisse zum Einfluss der Lagerungszeit der Gesteine auf das Zeta-Potential bzw. die Ladungsmenge und das Haftverhalten .....	47
6.7	Bewertung der Ergebnisse zum Einfluss von Haftverbesserern auf das Haftverhalten .....	48
<b>7</b>	<b>Zusammenfassung und Ausblick.....</b>	<b>48</b>
<b>8</b>	<b>Literatur.....</b>	<b>50</b>

## 1 Einleitung und Problemstellung

Die Dauerhaftigkeit der Straßen hängt maßgeblich vom Haftverhalten zwischen dem Bitumen und der Gesteinskörnung ab. Seit Jahrzehnten wird das Haftverhalten unterschiedlicher Gesteine und Bitumen mit diversen Prüfverfahren untersucht. Eine Quantifizierung der Einflussfaktoren konnte bisher nicht erreicht werden, jedoch hat das Gestein nach den Ergebnissen des AiF-Forschungsprojektes IGF 16639N einen größeren Einfluss auf die Adhäsion als das Bitumen [RADENBERG et al., 2014].

Gesteine können in sauer und basisch unterschieden werden. Saure Gesteine sind hydrophil, d.h. wasserliebend. Das Bitumen wird hier durch Wasser einfacher von dem Gestein verdrängt als bei einem basischen Gestein. Für die Einteilung der Gesteine in sauer bis ultrabasisch wird der Quarz- bzw.  $\text{SiO}_2$ -Anteil als ausschlaggebend angesehen. Saure Gesteine, wie z.B. der Quarzit, haben einen hohen Quarzanteil, während basische Gesteine, wie der Basalt, keinen Quarz aufweisen. [TARRER, WAGH, 1991] Ultrabasische Gesteine werden im Straßenbau nicht verwendet

Die Untersuchungen von [LABIB, 1992] zeigen, dass mithilfe von Zeta-Potential Messungen - sowohl an Gestein als auch an wässrigen Bitumenemulsionen - adhäsive Wechselwirkungen zwischen beiden Asphaltkomponenten charakterisiert werden können. Entsprechend dem elektrostatischen Modell zur Beschreibung des Haftverhaltens beeinflusst eine möglichst gegensätzliche Ladung (hohe Potentialdifferenz), z.B. im Fall von positiv geladenem Kalkstein, die Adhäsion zur negativ geladenen Bitumenemulsion positiv. Bei der Bewertung der Zeta-Potential Messungen ist es wichtig, das Zeta-Potential in Abhängigkeit von dem pH-Wert zu betrachten, da durch den pH-Wert die Ladungsverhältnisse an der Gesteinsoberfläche sowie in den Bitumenemulsionen stark verändert werden können. Allgemein konnte festgestellt werden, dass mit den meisten bituminösen Bindemitteln eine bessere Haftung an basischen Gesteinskörnungen (z.B. Calciumcarbonate) erzielt werden kann, als an sauren Gesteinskörnungen (z.B. Quarze). [BAGAMPADDE et al 2003]

Veröffentlichungen in Deutschland zum Einfluss des Zeta-Potentials von Gesteinen auf die Adhäsion von Bitumen und Gestein sind bisher nicht bekannt.

## 2 Zielsetzung

Im Rahmen dieses Projektes soll die Komponente Gestein genauer untersucht werden und der Einfluss der verschiedenen Gesteinseigenschaften auf die Adhäsion quantifiziert werden. Ein Fokus der Forschungsaufgabe ist dabei, zu untersuchen, ob der Parameter Zeta-Potential dazu dienen kann, die Wechselwirkung zwischen Bitumen und Gesteinsaggregaten zu beschreiben. Aus der Literatur geht hervor, dass niedrige Potentialdifferenzen zwischen Bitumen und Gestein auf eine gering wirksame adhäsive Bindung/ elektrostatische Wechselwirkung hindeuten und z.B. bei gleichsinniger Ladung sogar zur gegenseitigen Abstoßung von Gesteinsoberfläche und Bitumenmolekülen führen. Die Untersuchungen von [LABIB, 1992] zeigen, dass Bitumenemulsionen negative Zeta-Potentiale aufweisen.

Insbesondere können hier beispielsweise lösliche Salze, pH-Wert, Zustand der Gesteinsoberfläche und das chemische Milieu der auf den Verbund störend wirkenden Flüssigkeit (Wasser, organische Lösungsmittel) als starke Einflussfaktoren auf das Zeta-Potential gewertet werden. Deren entsprechender Einfluss auf das (resultierende) Haftverhalten soll in diesem Projekt systematisch untersucht werden.

Verwendet werden Gesteine, die im Straßenbau in Deutschland üblicherweise eingesetzt werden. Um eine möglichst gute Basis für die Untersuchung der Wechselwirkungen zwischen Gestein und Bitumen zu gewährleisten, werden dafür Gesteine mit einer möglichst großen Bandbreite bezüglich ihrer Eigenschaften (Chemismus, Mineralogie, Zeta-Potential etc.) ausgewählt.

Die Bitumen wurden ebenfalls so ausgewählt, dass diese ein breites Spektrum der chemischen Zusammensetzung abdecken und dadurch unterschiedliche Adhäsionseigenschaften erwarten lassen. Um den Einfluss der Viskosität jedoch gering zu halten, wurden fünf Straßenbaubitumen der Sorte 50/70 ausgewählt.

Die Beurteilung des Adhäsionsverhaltens erfolgt mit den folgenden Untersuchungsmethoden: Rolling-Bottle-Test, Bestimmung der Haftgrenztemperatur, Schüttelabriebversuch, Tropfenkonturanalyse und einem neu entwickelten Prüfverfahren, welches das Dynamische Scherrheometer nutzt.

Weiterhin wurden der Einfluss der Lagerungszeit der Gesteine und der Einfluss von Haftverbessern auf das Haftverhalten zwischen Bitumen und Gestein untersucht.

### 3 Theoretische Grundlagen und Stand der Kenntnisse

#### 3.1 Haftverhalten zwischen Bitumen und Gestein

Die Haftung zwischen Bitumen und Gestein ist eine Anforderung, die in erheblichem Maße die Lebensdauer von Asphaltstraßen bestimmt. Ein wesentliches Problem bei der messtechnischen Ansprache der Hafteigenschaften ist die Tatsache, dass Asphalt ein komplexes System ist, das beim Einsatz auf der Straße einer Vielzahl von mechanischen Einwirkungen und Umwelteinflüssen aus-gesetzt ist.

##### 3.1.1 Adhäsions- und Versagenstheorien

Die Adhäsion von Bitumen und Gesteinskörnung kann mit Hilfe verschiedener Modelle beschrieben werden. In Tab. 3-1 sind diese Modelle und die zugrunde liegenden Wechselwirkungen zusammengefasst.

Modell	Wechselwirkung
Filmbildung	Schichten
Mechanisches Modell	„Verzahnung“
Elektrostatistisches Modell	Potentiale
Chemisches Modell	Kovalente und ionische Bindungen
Thermodynamisches Modell	Oberflächenenergien

Tab. 3-1: Adhäsionsmodelle [HIRSCH, FRIEMEL-GÖTTLICH, 2009]

Nach dem Mechanischen Modell beruht die Haftung auf einer Verzahnung zwischen der Gesteinskörnung und dem Bitumen. Bei porösen Gesteinen mit einer leicht rauen Oberfläche ist die Haftung somit besser. [McBAIN, HOPKINS, 1924]

Große Bedeutung wird dem Thermodynamischen Modell beigemessen. Nach dieser Theorie geht eine höhere Anziehungskraft zu einer Gesteinsoberfläche von polaren Flüssigkeiten im Vergleich zu nicht polaren Flüssigkeiten aus. So verdrängt Wasser, welches hochpolar ist, das nicht polare oder schwach negativ geladene Bitumen von der Gesteinsoberfläche. [MAJIDZADEH, BROVOLD 1968]

Nach dem Elektrostatistischem Modell zeigte [LABIB, 1992] in seinen Versuchen bzw. Studien, dass mithilfe von Zeta-Potential Messungen – sowohl an Gestein, als auch an wässrigen Bitumenemulsionen – adhäsive Wechselwirkungen zwischen beiden Asphaltkomponenten charakterisiert werden können. Eine möglichst gegensätzliche Ladung (hohe Potentialdifferenz),

z.B. im Fall von positiv geladenem Kalkstein, beeinflusst die Adhäsion zur negativ geladenen Bitumenemulsion. Dabei ist es bei der Bewertung der Zeta-Potentialmessungen wichtig, das Zeta-Potential in Abhängigkeit vom pH-Wert zu betrachten, da durch den pH-Wert die Ladungsverhältnisse an der Gesteinsoberfläche sowie in den Bitumenemulsionen stark verändert werden können. Allgemein konnte festgestellt werden, dass mit den meisten bituminösen Bindemitteln eine bessere Haftung an basischen Gesteinskörnungen (z.B. Calciumcarbonate) erzielt werden kann, als an sauren Gesteinskörnungen (z.B. Quarze). [BA-GAMPADDE et al, 2003], [MAJIDZADEH, BRO-VOLD 1968]

Aus Zeta-Potentialuntersuchungen [DIEDEL et al., 2010 und 2011; ENGELS et al., 2012] an Calciten und Tonmineralen geht außerdem hervor, dass auch gelöste Salze die Oberflächenladungen und die spätere Verarbeitbarkeit deutlich beeinflussen können. Das ist insbesondere im Hinblick auf Tausalz-Belastungen von Asphalt ein wichtiger Aspekt, aber auch bereits bei der Gesteinsauswahl. Vorrangig werden Gesteine nach der chemischen Zusammensetzung und der Mineralogie ausgewählt. Allerdings erlaubt die Bestimmung der chemischen Zusammensetzung, sehr oft über das gängige Verfahren der Röntgenfluoreszenzanalyse, keine Aussage über gute oder schlecht lösliche Elemente. Zudem sind die Bestimmungsgrenzen für die wesentlichen Elemente der gesteinsbildenden Minerale viel höher als die Konzentrationen für gelöste Ionen in der Größenordnung von X0 bis X00 mg/L. Aus diesem Grund ist es wichtig, Gesteine zusätzlich einem dem Anwendungsfall nahe-kommenden, reproduzierbaren Elutionsverfahren zu unterziehen und die gelösten Ionen mittels ICP-OES resp. Ionenchromatographie zu er-mitteln.

Bei [HARDERS, NÖSLER, 2003; HIRSCH, FRIEMEL-GÖTTLICH, 2009] wird beschrieben, dass bei Gesteinen, die über längere Zeit gelagert wurden, eine geringere Neigung zum Stripping-Effekt besteht als bei frisch gebrochenem Gestein. Dies wird hier mit der Veränderung der Oberflächenenergie der Mineralien bei Lagerung durch Reorganisation polarer Komponenten an ihrer Oberfläche begründet. Auch tragen chemische Reaktionen durch Ausbildung von kovalenten und ionischen Bindungen zwischen Gesteinsoberfläche und Bitumen stark zur Haftung bei. [HIRSCH, FRIEMEL-GÖTTLICH, 2009]

Eine weitere Theorie zur Beschreibung der Haftung, die in der Literatur häufig erwähnt wird, ist die Theorie der „molekularen Orientierung“. Diese

geht davon aus, dass die Bitumenmoleküle sich entsprechend des elektrischen Feldes der Gesteinskörnungen ausrichten, um die Ladungen der Gesteinsoberflächen zu neutralisieren. [MACK, 1957] Die Ladung der Gesteinsoberflächen hängt von ihrer mineralogischen-petrographischen und auch chemischen Zusammensetzung ab. Beim Bitumen wird die Ladung durch die Provenienz und die chemische Zusammensetzung bestimmt.

Zu einem Adhäsionsversagen kommt es erst durch den Einfluss von Wasser. Für die Beschreibung der verschiedenen Versagensmechanismen gibt es ebenfalls - wie für die Beschreibung des Haftungsvorganges - mehrere Theorien. Die gängigen Theorien sind die Verdrängungs-, Unterwanderungs-, Porendruck- sowie Filmbruchtheorie. [RENKEN, 2003]

Bei der Verdrängungstheorie verdrängt das Wasser aufgrund seiner höheren Oberflächenspannung das Bitumen. Die Unterwanderungstheorie geht davon aus, dass auch bei einem intakten Bitumenfilm Wasser an die Grenzfläche zwischen Bitumen und Gestein gelangt. Entweder, das Wasser kommt aus dem Inneren, da das Gestein noch feucht ist, oder es diffundiert von außen durch den Bitumenfilm. Bei der Porendrucktheorie wird das Bitumen an der Grenzfläche durch den Druck abgelöst, der entsteht, wenn Wasser durch den Reifen in den Asphalt gedrückt wird. Wenn Wasser durch einen mechanischen Bruch des Bitumenfilms durch äußere Lasteinwirkungen zur Gesteinsoberfläche vordringt, wird von der Filmbruchtheorie gesprochen. [RENKEN, 2003]

### 3.1.2 Einflussfaktoren

Die Einflussfaktoren des ungestörten Systems auf die Adhäsion sind, wie z.T. bereits im vorherigen Abschnitt beschrieben, vielfältig. Eine Zusammenfassung ist in Tab. 3-2 für die Komponenten Gestein, Bitumen und Wasser gegeben.

Komponente	Einflussfaktoren
Gestein	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Mineralogisch/petrographische Zusammensetzung</li> <li>• Chemische Zusammensetzung</li> <li>• Oberflächenrauigkeit</li> <li>• Porosität</li> <li>• Verstaubung und Feuchtigkeitsfilm</li> <li>• Lösliche Salze</li> <li>• Zeta-Potential</li> </ul>
Bitumen	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Oberflächen-/Grenzflächenspannung</li> <li>• Viskosität</li> <li>• Zeta-Potential</li> <li>• Provenienz, Säurezahl, Paraffingehalt</li> <li>• Alterungsverhalten</li> <li>• Polymermodifizierung, Haftverbesserer</li> </ul>
Wasser	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Temperatur, Frost-Tau-Wechsel</li> <li>• Chemische Inhaltsstoffe, gelöste Salze</li> <li>• pH-Wert</li> </ul>

**Tab. 3-2:** Einflussgrößen auf das Haftverhalten in Anlehnung an [RENKEN, 2011; GROTHE, WISTUBA, 2010; HIRSCH, FRIEMEL-GÖTTLICH, 2009; LABIB, 1992]

## 4 Untersuchungsmethodik

### 4.1 Vorauswahl der Materialien

#### 4.1.1 Bitumen

Bei der Auswahl der Bitumen wurde auf die Ergebnisse zur chemischen Zusammensetzung verschiedener Bitumen (Anteil Asphaltene, polare Verbindungen, Aromaten und Aliphaten) sowie den Asphaltstatus nach Zenke (Anteil schwer-, mittel- und leichtlösliche Asphaltene) aus dem AiF-Forschungsprojekt IGF 16639N [RADENBERG et al., 2014]: „Einfluss der chemischen, rheologischen und physikalischen Grundeigenschaften von Straßenbaubitumen auf das Adhäsionsverhalten unterschiedlicher Gesteinsarten“ zurückgegriffen. Mit den ausgewählten Bitumen soll eine möglichst große Bandbreite der chemischen Zusammensetzung abgedeckt werden. Um den Einfluss der Viskosität auf die Adhäsion zu minimieren, wurden nur Bitumen der Sorte 50/70 ausgewählt. In Tab. 4-2 sind die chemischen Zusammensetzungen der zur Auswahl stehenden Bitumen aufgeführt. Die Bitumen A.1, A.2, B.1 und B.2 wurden letztlich für die Adhäsionsversuche ausgewählt. Mit diesen Bitumen kann die größtmögliche Bandbreite der chemischen Zusammensetzung abgedeckt werden, wie in Bild 4-1 zu sehen ist, und zudem handelt es sich um zwei unterschiedliche Entnahmezeitpunkte (1 und 2) bei zwei verschiedenen Raffinerien (Raffinerie A und Raffinerie B).

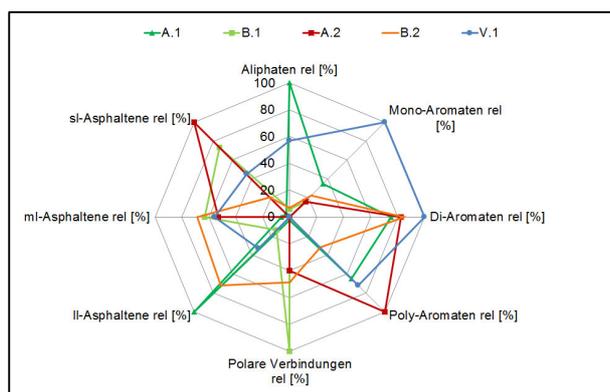
Zusätzlich wurde ein Bitumen, welches möglichst zu 100 % aus Rohöl aus Venezuela hergestellt wurde, in die Untersuchungen mit einbezogen. Dieses wird im Folgenden mit V.1 bezeichnet.

Bitumenprobe	schwer-	mittel-	leicht-
	lösliche Asphaltene		
	[M.-%]		
A.1	10,4	6,3	2,3
B.1	2,3	10,8	6,0
A.2	1,0	10,0	7,4
B.2	7,8	11,2	3,2
V.1	4,1	10,2	4,5
C.2	8,1	8,5	5,6
A.3	7,6	5,8	4,7
A.4	2,9	13,7	3,3
B.4	2,3	12,7	4,3
A.5	1,0	9,3	5,4
A.6	1,1	10,2	7,3
R.6	1,0	10,1	7,1
A.7	6,7	8,6	2,1
B.7	7,4	9,8	2,4
C.7	6,8	8,9	5,1
A.8	3,4	9,5	3,6

Tab. 4-1: Anteil schwer-, mittel-, leichtlösliche Asphaltene der zur Auswahl stehenden Bitumen der Sorte 50/70

	Aliphaten	Mono-	Di-	Poly-	Summe	polare Verbindungen	Asphaltene
	Aromaten						
	[M.-%]						
A.1	16,6	12,9	11,6	17,3	41,8	22,6	19,0
B.1	6,8	12,0	7,7	11,0	30,6	43,5	19,1
A.2	6,2	12,0	12,0	20,7	44,7	30,7	18,4
B.2	6,9	12,3	12,1	14,1	38,6	32,5	22,1
V.1	12,1	16,1	12,9	18,0	47,1	22,1	18,7
C.2	6,4	12,1	12,5	20,0	44,6	26,8	22,2
A.3	10,9	12,9	12,0	19,1	44,0	27,0	18,1
A.4	13,1	13,2	11,9	19,6	44,7	22,1	20,0
B.4	11,2	13,9	12,2	18,5	44,6	24,9	19,3
A.5	10,9	11,8	12,1	20,7	44,6	28,8	15,7
A.6	6,7	11,2	11,2	18,7	41,2	33,5	18,6
R.6	7,4	11,9	11,3	20,1	43,3	31,2	18,1
A.7	11,0	11,9	11,7	19,1	42,6	28,9	17,5
B.7	8,6	13,0	11,5	14,7	39,2	32,7	19,5
C.7	7,6	14,6	8,7	16,7	40,2	31,5	20,8
A.8	11,6	12,6	12,4	18,5	43,4	28,4	16,4

Tab. 4-2: Chemische Zusammensetzung der zur Auswahl stehenden Bitumen der Sorte 50/70



**Bild 4-1:** Netzdiagramm zur chemischen Zusammensetzung der ausgewählten Bitumen

#### 4.1.2 Gesteine

Im Rahmen der Untersuchungen zu den gesteinsseitigen Einflussfaktoren auf das Haftverhalten sollen Gesteine ausgewählt werden, die eine möglichst große Bandbreite an Eigenschaften abdecken, die im Verdacht stehen, die Haftung zwischen Bitumen und Gestein zu beeinflussen. Dazu stehen für die Untersuchungen im Fokus:

- $\text{SiO}_2$ - und Quarzgehalt
- Zeta-Potential

Weiterhin wird vermutet, dass lösliche Salze in Form von Kationen (insbesondere die Alkalien- und Erdalkalien Na, K, Ca, Mg) sowie Anionen (bevorzugt Cl, aber auch  $\text{SO}_4$  als Oxidationsprodukt feinverteilter Sulfide) aus dem Gestein eine Rolle im Hinblick auf das Haftverhalten im Asphaltverbund spielen können. Dieser Parameter wurde zwar nicht als primäre Einflussgröße ausgewählt, jedoch als Messgröße in die Charakterisierung der Gesteine mit einbezogen.

Zunächst wurde eine Vorauswahl von insgesamt sieben Gesteinen getroffen, welche alle grundständig durchcharakterisiert wurden:

- Basalt
- Diabas
- Granit
- Grauwacke
- Kalkstein
- Rhyolith
- Quarzit

Anschließend wurden auf Basis der Grundcharakterisierung für die umfangreichen und weiterführenden Untersuchungen vier Gesteine mit idealer Variationsbreite ausgewählt. Gesteine mit  $\text{SiO}_2$ -Gehalten zwischen ca. 15 und 40 % < 45 M.- wie plutonische Foidmonzosyenite oder vulkanitische Phonolithe und Tephrite konnten nicht gefunden werden, da diese im Straßenbau keine Verwendung finden.

## 4.2 Bitumenuntersuchungen

### 4.2.1 Physikalische Prüfverfahren

Zur Bestimmung der physikalischen Eigenschaften der Bitumen wurden folgende Prüfverfahren angewandt:

- Nadelpenetration vor und nach Alterung mit RTFOT nach [DIN EN 1426]
- Erweichungspunkt Ring und Kugel vor und nach Alterung mit RTFOT nach [DIN EN 1427]
- Brechpunkt nach Fraaß nach [DIN EN 12593]
- Bestimmung des komplexen Schermoduls und des Phasenwinkels im Temperaturbereich -20 bis 150 °C vor und nach Alterung mit RTFOT nach [DIN EN 14770]
- Bestimmung des m-Wertes und der Biege- kriechsteifigkeit bei -25 °C, -16 °C und -10 °C nach [DIN EN 14771]
- Bestimmung der Oberflächenspannung durch Kontaktwinkelmessung mit der „Pendant-Drop-Methode“ (Hängender Tropfen)

Bei der Bestimmung der Oberflächenspannung nach der Methode des „hängenden Tropfens“ in der beheizten Probenkammer des Messgerätes DSA 100 (Fa. Krüss) hat die Prüftemperatur aufgrund der Viskosität des Bitumens einen großen Einfluss auf die Tropfenbildung. Deshalb wurden die Messungen bei der Äquisteifigkeitstemperatur (EST) der Bitumen durchgeführt. Diese konnte mithilfe der Ergebnisse aus den Versuchen mit dem Dynamischen Scherrheometer (DSR) bei Vorliegen eines komplexen Schermoduls von 209 Pa bestimmt werden und betrug für die fünf ausgewählten Bindemittel 85 °C.

### 4.2.2 Chemische Prüfverfahren

Zur Bestimmung der chemischen Zusammensetzung der Bitumen kamen folgende Verfahren zum Einsatz bzw. wurden folgende Kennwerte bestimmt:

- Glassäulenchromatographie zur Bestimmung der Anteile der einzelnen Stoffkomponenten (SARA-Fraktionierung)
- Asphaltstatus nach Zenke zur Bestimmung der Anteile der leicht-, mittel- und schwerlöslichen Asphaltene
- Xylolzahl
- Säurezahl
- Paraffingehalt
- Elementanalyse

Für die Bestimmung der Xylolzahl wurden 2 g Bitumen mit 18 g Lösungsmittelgemisch aus Xylol und Heptan in veränderlichen Anteilen überschichtet. Nachdem das Bindemittel aufgelöst war,

wurde die Lösung mit einem Glasstab durchgerührt und mit diesem sofort drei Tropfen der Lösung auf ein Filterpapier getropft. Verblieb nach dem Verdunsten des Lösungsmittels ein dunkler Kern, wurde die Zusammensetzung des Gemisches so lange verändert bis gerade noch eine homogene braune Färbung aller drei Einzelflecken vorhanden war. War dies gegeben, wurde der Gewichtsanteil an Xylol im Lösungsmittelgemisch als Xylolzahl bestimmt.

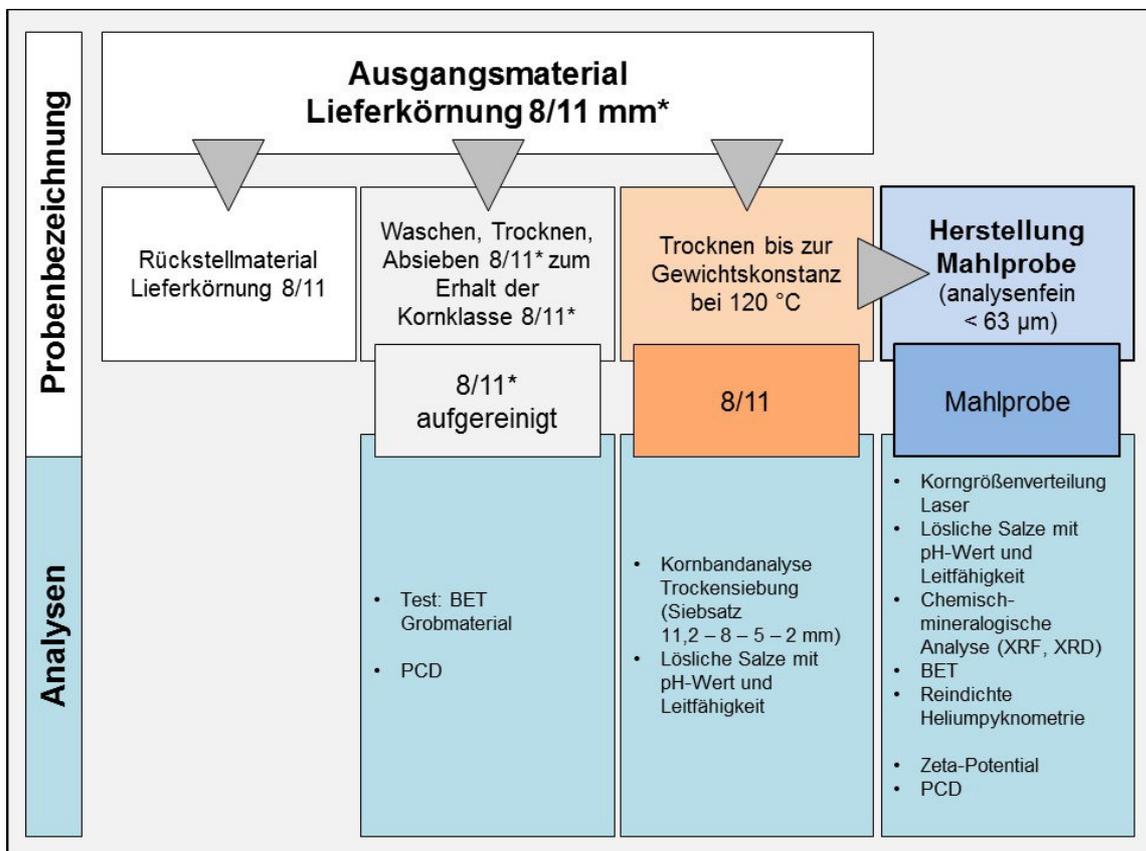
#### 4.2.3 Ladungsmessungen

Im Rahmen einer gesonderten Versuchsreihe wurde die Durchführbarkeit und Aussagekraft einer Ladungsmessung mittels PCD (Particle Charge Detector; Beschreibung der Messmethode und weitere Details siehe Kapitel 4.3.4) auch an Bitumenproben, analog zu den Gesteinsproben, getestet. Eine mögliche und aussagekräftige Ladungsmessung an Bitumenproben würde eine Vergleichsgrundlage zu den Gesteinseigenschaften darstellen.

### 4.3 Gesteinsuntersuchungen

#### 4.3.1 Probenpräparation

Für die Untersuchungen an den Gesteinsproben wurden diese entsprechend der jeweiligen Anforderungen der durchzuführenden Messmethode vorbehandelt. Die Gesteine lagen im Anlieferungszustand in der Nennkörnung 8/11 mm vor und wurden im weiteren Projektverlauf bei der Gesteinsendauswahl um die jeweilige 5/8 mm-Nennkörnung ergänzt. Eine Übersicht zu Präparation, Probenbezeichnung und den Analysen ist in Bild 4-2 dargestellt. Da für einen Großteil der Untersuchungen das Probenmaterial in einer Korngröße von < 63 µm vorliegen muss, war eine entsprechende Aufbereitung des Materials erforderlich. Dazu wurde nach der Trocknung eine Teilmenge der Lieferkörnung zunächst im Backenbrecher vorzerkleinert und schließlich mittels Scheibenschwingmühle (WC-Mahleinsatz) portionsweise aufgemahlen. Das Mahlgut wurde zur Kontrolle über ein Sieb der Maschenweite 63 µm gegeben und der Siebrückstand so lange in die Mühle rückgeführt, bis das Material komplett als Kornfraktion < 63 µm vorlag.



**Bild 4-2:** Übersicht zu Probenvorbereitung und Untersuchungen an den einzelnen Gesteinsproben  
\*im späteren Projektverlauf bei den ausgewählten Gesteinen Ergänzung durch Körnung 5/8 mm

### 4.3.2 Basischarakterisierung

#### Untersuchungen zur Kornverteilung

Als Untersuchungsmethoden zur Bestimmung der Kornverteilung der Ausgangsmaterialien wurde zunächst eine Trockensiebung nach [DIN 66165-1] und [DIN 66165-2] durchgeführt. Dazu wurde je eine Teilmenge der Proben (ca. 500 g) ohne weitere Vorbereitung über Siebe mit den Maschenweiten 11,2 mm, 8 mm, 5 mm und 2 mm gegeben und 5 Minuten mit einer Amplitude von 2,5 mm gesiebt. Die Kornverteilung der Mahlproben wurde mittels Laserstreulichtverfahren nach [DIN EN 725-5] ermittelt. Hierbei wurde je eine Teilmenge der Proben unter Rühren in 0,1 %iger  $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$ -Lösung vordispersiert. Von der entstandenen Suspension wurden repräsentative, auf die Strahlabsorption abgestimmte Teilmengen in das Dispersiersystem des Korngrößenanalysegerätes eingebracht und unter Ultraschalleinwirkung analysiert.

Die Bestimmung der spezifischen Oberfläche der Mahlproben durch Stickstoff-Adsorption nach BET erfolgte gemäß [DIN ISO 9277]. Die Proben wurden zur Vorbereitung bei 110 °C für mindestens 12 Stunden unter Vakuum getrocknet und anschließend zur Messung eingesetzt.

#### Chemisch-mineralogische Untersuchungen

Die chemische Analyse der Gesteinsproben erfolgte über die Bestimmung der Elementoxide in Schmelztabletten mittels Röntgenfluoreszenzanalyse (RFA) nach [DIN 51001] und in Anlehnung an [DIN EN ISO 12677]. Von je einer bei 110 °C getrockneten Teilmenge der Mahlproben wurde dazu eine Schmelztablette mit  $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$  hergestellt und zur Untersuchung eingesetzt. Die Ermittlung der Glühverluste erfolgte bei 1050 °C nach [FGK-AV Glühverlust] jeweils an separaten Teilproben in Doppelbestimmung.

Die qualitative Mineralphasenanalyse und semi-quantitative Quarzgehaltbestimmung wurde mittels Röntgenbeugung nach [DIN EN 13925-1] durchgeführt. Aus je einer Teilmenge der Mahlproben wurde dazu ein Pulverpräparat im sogenannten „back loading“-Verfahren hergestellt und untersucht.

Die Bestimmung der löslichen Salze nach dem Elutionsverfahren gemäß [DIN 38414-4] wurde sowohl an den Proben der Lieferkornung als auch an den Mahlproben durchgeführt. Die Quantifizierung der Elemente Calcium (Ca), Magnesium (Mg), Kalium (K) und Natrium (Na) mittels ICP-OES erfolgte am Eluat in Anlehnung an [DIN EN ISO 11885]. Die Bestimmung von

Sulfat ( $\text{SO}_4$ ) und Chlorid (Cl) im Eluat erfolgte mittels Ionenchromatographie nach [DIN EN ISO 10304-1]. Als weitere Parameter wurden im Rahmen dieses Prüfverfahrens die elektrische (elektrolytische) Leitfähigkeit nach [DIN EN 27888] sowie der pH-Wert nach [DIN EN ISO 10523] mit aufgenommen.

#### Sonstige Gesteinskennwerte

Die Reindichtebestimmung der Gesteinsproben erfolgte mittels Heliumpyknometer nach der [FGK-AV Heliumpyknometer]. Teilmengen der Mahlproben wurden dafür bei 110 °C getrocknet und anschließend zur Messung eingesetzt.

Die Rohdichte der Gesteinskornungen wurde nach [DIN EN 1097-6] bestimmt.

Aus großformatigen Gesteinsstücken wurden für Kontaktwinkelmessungen Gesteinsplatten (ca. 3 x 3 cm) gesägt und poliert. Von diesen Platten wurde die Oberfläche mit einem Rasterelektronenmikroskop aufgenommen. Die Oberfläche wurde dazu mit Gold besputtert.

### 4.3.3 Untersuchungen zur Oberflächenspannung der Gesteine

Die Oberflächenspannung der Gesteine wurde mithilfe der Tropfenkonturanalyse („Sessile Drop-Methode“) mit dem Gerät DSA 100 ermittelt. Zur Herstellung der Gesteinsproben wurden großformatige Gesteinsproben auf ein quadratisches Format mit Seitenlängen von 30 mm und einer Schichtdicke von 10 mm gesägt. Die Oberflächen der Plättchen wurden anschließend geschliffen (Körnung: 180) und poliert, um den Einfluss der Gesteinsrauheit und der Porosität möglichst auszuschließen. Danach wurden die Proben mit Aceton und entionisiertem Wasser gereinigt, getrocknet und in einem Exsikkator gelagert, um die Oberflächen bis zum Versuchsbeginn vor Verunreinigungen zu schützen. Zur Bestimmung der Oberflächenspannung der Gesteine waren zwei Prüflösungen erforderlich, die sich im Bezug auf ihre Polarität und ihre Oberflächenspannung wesentlich voneinander unterscheiden mussten. Um Messfehler auszuschließen, sollten die Prüflösungen nicht leicht flüchtig sein und auch keine Reaktion mit der Gesteinsoberfläche eingehen. Folglich wurden für die Untersuchungen Reinstwasser und Dijodmethan mit den in der Tab. 4-3 dargestellten Eigenschaften ausgewählt. Die für beide Lösungen geltende relativ hohe Oberflächenspannung besitzt bei Dijodmethan ausschließlich unpolare, bei dem Reinstwasser hingegen hauptsächlich polare Charakter.

Testflüssigkeit	Oberflächen- spannung [mN/m]	Disperser Anteil [mN/m]	Polarer Anteil [MN/m]
Dijodmethan	50,8	50,8	0
Reinstwasser	72,8	26	46,8

Tab. 4-3: Oberflächeneigenschaften der verwendeten Testflüssigkeiten

#### 4.3.4 Untersuchungen zum Zeta-Potential und zur Oberflächenladung

Die Messung des Zeta-Potentials erfolgt nach der [FGK-AV Zeta-Potential] mit dem Messgerät DT1200 der Fa. Dispersion Technology (DT) (elektroakustische Methode). Für die Messung müssen die Proben im Idealfall eine Korngröße von  $\ll 100 \mu\text{m}$  aufweisen, weshalb sich die Methode nur für die aufgemahlene Proben eignet. Die Partikel der Messsuspension werden über die Messelektrode mittels gepulster Ultraschallwellen in Schwingung versetzt. Das führt dazu, dass sich die Teilchen aus ihrer elektrostatischen Gleichgewichtslage verschieben – es entstehen kurzzeitig Dipole, die einen messbaren Wechselstrom erzeugen (Kolloidaler Vibrationsstrom CVI), aus dem sich schließlich das Zeta-Potential berechnen lässt [OETZEL, 2014].

Das Zeta-Potential Messgerät und der Aufbau der Messsonde sind in Bild 4-3 und Bild 4-4 dargestellt.

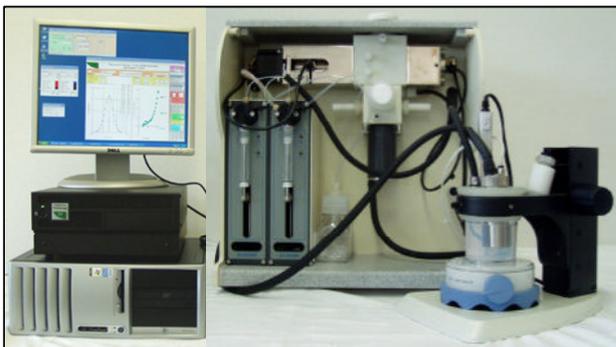


Bild 4-3: Zeta-Potential Messgerät DT1200 der Fa. Dispersion Technology (DT) und Aufbau der Messsonde (Elektroakustisches Messprinzip) [OETZEL, 2012]

Zur Messung wurden aus den Mahlproben der jeweiligen Gesteine mit deionisiertem Wasser Suspensionen mit einem Feststoffgehalt von 20 M.-% angesetzt, für 24 h auf dem Schütteltisch dispergiert, für 2 min mittels Ultraschallstab behandelt

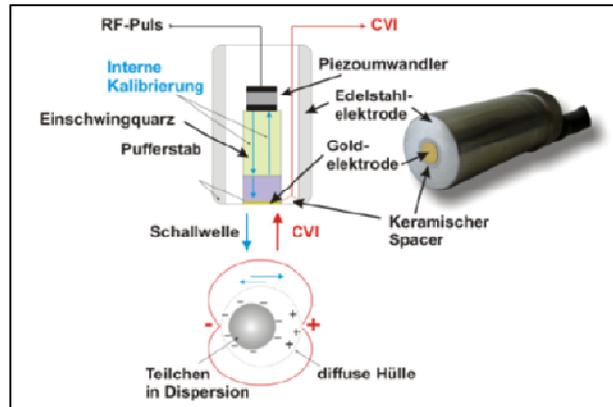


Bild 4-4: Aufbau der Messsonde (Elektroakustisches Messprinzip) [OETZEL, 2012]

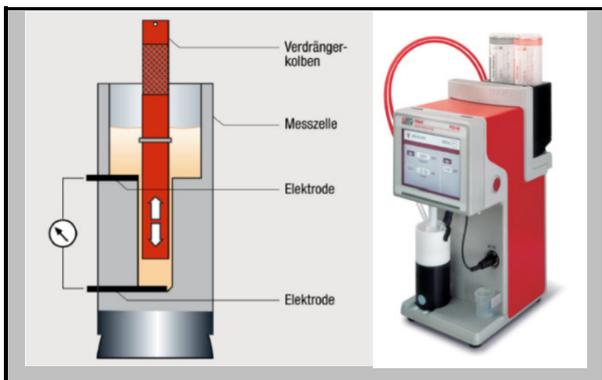
und schließlich zur Messung eingesetzt. Hierbei wurde sowohl die FGK-interne Arbeitsvorschrift [AV Basismessung] als auch die Messung in Abhängigkeit vom pH-Wert [AV Titrationsmessung] durch Titration der Probensuspension mit HCl bzw. NaOH angewendet. Anstelle einer Titration mit Säure oder Base kann auch eine Titration mit beliebigen anderen Lösungen (z.B. Additiven, Salzlösungen) erfolgen.

Dies erlaubt beispielsweise die Untersuchung möglicher Effekte von Tausalz auf das Zeta-Potential der Gesteinsproben.

In Ergänzung zur Messung des Zeta-Potentials wurde die spezifische Oberflächenladung der Gesteinsproben am Particle Charge Detector (PCD03) der Fa. BTG Instruments durchgeführt. Mit dem PCD können über die Methode der Rücktitration im Gegensatz zur Zeta-Potentialmessung sowohl gemahlene als auch grobkörnige Materialien geprüft und somit Aussagen über deren Ladungsverhältnisse abgeleitet werden.

Das Funktionsprinzip der PCD-Messung ist in Bild 4-5 schematisch dargestellt. Die zu messende Lösung bzw. Suspension wird in die Messzelle aus PTFE eingebracht. Ein genau auf einen definierten Messspalt eingepasster PTFE-Verdrängerkolben oszilliert nun vertikal mit konstanter Frequenz (4 Hz), bringt so die Messflüssigkeit ebenfalls in eine oszillierende Bewegung und führt damit zur Ausbildung des elektrokinetischen Effekts [Müller, 1996]: die kolloidal gelösten Ladungsträger können sich an der Oberfläche von Messzelle und Verdrängerkolben anlagern, während die Gegenionen vergleichsweise ungebunden bleiben. Durch die Flüssigkeitsströmung, hervorgerufen durch den oszillierenden Kolben, wird die Gegenionenwolke vom Kolloid abgeschert und somit an den beiden Elektroden ein Strömungspotential messbar.

Dieses Strömungspotential sagt zwar aus, ob die Probe positiv oder negativ geladen ist, der am Display angezeigte Wert des Strömungspotentials lässt aus messtechnischen Gründen jedoch noch keinen Schluss auf die tatsächliche Ladungsmenge der Probe zu. Die Ladungsmenge wird erst durch Titration mit einer genau definierten Lösung des gegensätzlich geladenen Polyelektrolyten quantifiziert. Aus dem Verbrauch an Titrationsmittel lässt sich schließlich die spezifische Oberflächenladung der Probe berechnen [BTG, 2007].



**Bild 4-5:** Particle Charge Detector PCD der Fa. BTG Instruments [BTG, 2007]

Die Eignung des Verfahrens wurde im Rahmen einer umfassenden Testreihe an der Proben-Endauswahl sowohl an den Mahlproben als auch an Gesteinskörnungen der Kornklasse 8/11 mm bzw. 5/8 mm untersucht. Dazu müssen die Versuchsrandbedingungen (Konzentration Probe, Konzentration Polyelektrolytlösung, Vorbehandlung etc.) zuvor möglichst so angepasst und optimiert werden, dass diese bei allen Proben gleich und damit voll vergleichbar durchgeführt werden können. Die allgemeine Vorgehensweise bei der PCD-Messung mittels Rücktitration ist wie folgt: Aus der Zeta-Potential-Messung ist bereits der generelle Charakter der jeweiligen Gesteinsprobe in Wasser bekannt (positive oder negative Oberflächenladung bei einem gegebenen pH-Wert). Eine definierte Probe wird mit einer ebenfalls definierten Menge gegensätzlich geladener Polyelektrolytlösung (Polydiallyldimethylammoniumchlorid PDAC, kationischer Polyelektrolyt bzw. Natriumpolyethylsulfonat PES-Na, anionischer Polyelektrolyt) bekannter Konzentration versetzt und dispergiert. Am Beispiel der im neutralen pH-Bereich meist negativ geladenen Gesteinsoberflächen kann dabei der kationische Polyelektrolyt an der anionischen Probenoberfläche anbinden und deren Ladungen neutralisieren. Da die Polyelektrolytlösung so angesetzt wird, dass bei bekannter Konzentration PDAC im Überschuss vorhanden ist, bleibt ein

Rest kationischer Ladung des Polyelektrolyts in der Lösung zurück, der schließlich über den Verbrauchswert die Bestimmung der spezifischen Ladung der Probe selbst ermöglicht. Nach dem Absättigungsvorgang werden also die Proben abzentrifugiert und der feststofffreie Überstand (= Probenlösung) zur Messung eingesetzt. Durch Gegentitration mit einer Lösung des an-ionischen Polyelektrolyten kann durch Vergleich mit dem Blindwert der frischen PDAC-Lösung die spezifische Ladungsmenge  $q$  der Probe nach folgender Formel berechnet werden [Geräteunterlagen PCD]:

$$q = \frac{V_2 - V_1 \cdot c}{m} \quad \text{[Gleichung 1]}$$

mit

- $q$ : spezifische Ladungsmenge [eq/g]
- $V_1$ : Messwert Probenlösung => Verbrauch der Lösung des gegensätzlich geladenen Polyelektrolyten bis zum Ladungsnullpunkt [l]
- $V_2$ : Blindwert der frischen Polyelektrolyt-Lösung => Verbrauch der Lösung des gegensätzlich geladenen Polyelektrolyten bis zum Ladungsnullpunkt [l]
- $c$ : Konzentration des Titrationsmittels [eq/l]
- $m$ : Masse der Originalprobe, bezogen auf die zur Messung eingesetzte Menge Probenlösung [g]

Die Methode wurde an allen drei Gesteinsfraktionen (8/11 mm, 5/8 mm und Mahlproben) getestet.

Die Mahlproben wurden dabei als Suspension mit 1 M.-% Feststoff angesetzt, die grobkörnigen Fraktionen jeweils mit 50 M.-% Feststoffeinwaage mit den jeweils gegensätzlich geladenen Polyelektrolytlösungen versetzt. Für eine ausreichend repräsentative Probe ist dabei für das Grobmaterial eine Einwaage von mindestens 100 g sinnvoll. Die Basismessungen wurden hier mit jeweils 200 g Probenmaterial angesetzt. Für die Versuche zum Einfluss der Lagerungszeit der Gesteine auf die Ladungsmenge wird die Probenmenge allerdings aus Gründen der besseren Handhabbarkeit auf 150 g Feststoff reduziert.

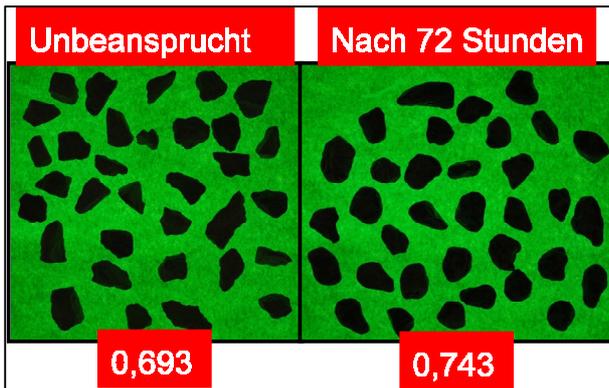
Die Proben wurden mindestens als Doppelansatz, jeweils mindestens in 3-fach-Messung, charakterisiert.

## 4.4 Versuche zum Haftverhalten

### 4.4.1 Rolling-Bottle-Test

Der Rolling-Bottle-Test wurde entsprechend DIN EN 12697-11 durchgeführt. Als Gesteinskörnung wurde die Kornklasse 5/8 mm ausgewählt, da an

dieser Kornklasse genauere Ergebnisse bei den weiterführenden PCD-Messungen erwartet werden. Der Umhüllungsgrad wurde nach 6, 24 und 48 h bestimmt. Auf eine Ermittlung des Umhüllungsgrades nach 72 h wurde verzichtet, da bei dieser Prüfdauer der mechanische Einfluss sehr hoch ist. Wie in Bild 4-6 zu sehen, kommt es durch Kornabrieb zu einer Erhöhung der Kreisförmigkeit durch ein deutliches Abrunden der Kanten.



**Bild 4-6:** Einfluss der Prüfdauer beim Rolling-Bottle-Versuch auf die Kreisförmigkeit [RUBE, GEHRKE, 2013]

Die visuelle Bestimmung des Umhüllungsgrades wurde durch eine fotooptische Auswertung unterstützt. Fotooptische Aufnahmen wurden dazu mithilfe des Bildverarbeitungstools „Image Processing Toolbox“ des Programms MATLAB® ausgewertet. Mit diesem Programm werden sogenannte „Cluster-Bilder“ erzeugt und der Gesteinskörnung, dem Bitumen und dem Hintergrund verschiedenen Farbgruppen zugeteilt und der Anteil der einzelnen Farbgruppen durch das Programm ermittelt. In Bild 4-7 sind die Originalaufnahme (oben) und das zugehörige Cluster-Bild (unten) dargestellt.

Der Umhüllungsgrad berechnet sich wie folgt:

$$\text{Umhüllungsgrad} = \frac{\text{Farbgruppe der Gesteinskörnung [Pixel]}}{\text{Farbgruppe des verbliebenen Bitumens [Pixel]}}$$

Für die Bewertung der Versuchsergebnisse wurden die mit MATLAB® berechneten Werte verwendet.



**Bild 4-7:** Original-Bild oben, „Cluster-Bild“ unten [BÖHLER, 2014]

#### 4.4.2 Schüttelabriebversuch

Für die Schüttelabriebversuche wurde das Prüfgerät (Bild 4-8) gemäß [DIN EN 12274-7] verwendet.

Abweichend von der Norm wurden die Probekörper aus Gesteinskörnungen 0,5/2 mm einer Gesteinsart hergestellt. Dadurch wurde der Einfluss von Eigenfüller und anderen Staubpartikeln auf die Adhäsion ausgeschlossen.



**Bild 4-8:** Schüttelabriebsgerät

Für die Probenherstellung wurden die Formen entsprechend [DIN EN 12274-7] verwendet. Die Probekörper wurden mit einer statischen Presse wegeregelt bis zum Erreichen der Endhöhe von 25 mm verdichtet. Die dafür benötigte Kraft variierte dabei in Abhängigkeit von der Gesteinsart. Die Einwaage wurde durch Vorversuche auf  $30 \pm 1$  g festgelegt. Der Bindemittelgehalt wurde in Vorversuchen mit dem Diabas so gewählt, dass ein Hohlraumgehalt von  $33 \pm 1$  Vol.-% erreicht wird. Bei den anderen Gesteinen wurde der Bindemittelgehalt über den Faktor  $\alpha$  ( $\alpha = \frac{2,650}{\rho_P}$ ) angepasst.

Die gewählten Bindemittelgehalte sind in Tab. 4-4 aufgeführt.

Gestein	Bindemittelgehalt [M.-%]
Diabas	4,8
Grauwacke	5,1
Quarzit	5,1
Kalkstein	5,1

**Tab. 4-4:** Bindemittelgehalte beim Schüttelabriebsversuch

#### 4.4.3 Tropfenkonturanalyse

Zur Quantifizierung der Wechselwirkung zwischen Bitumen und Gestein wurden Kontaktwinkelmessungen unter Verwendung des Hochtemperaturdosiersystems und der Hochtemperaturmesszelle des DSA 100 durchgeführt. Das Spreitverhalten wurde nach der Methode des „liegenden Tropfens“ über einen Zeitraum von 120 Sekunden bestimmt. Aus den Messergebnissen wurde die Adhäsionsarbeit nach der modifizierten Gleichung von Young–Dupré [VAN OSS et al., 1988] berechnet.

Um darüber hinaus den Einfluss von Wasser auf den Kontaktwinkel zu prüfen, wurde nach der Methode von Korn [KORN, 2004] 140 °C heißes Bindemittel auf die Gesteinsoberfläche, die Zimmer-

temperatur hatte, getropft. Bedingt durch die hohe Temperaturdifferenz bildeten sich sehr große Kontaktwinkel aus. Zur Herstellung eines Verbundes wurden die Proben 10 Minuten lang in einem Wärmeschrank gelagert, dessen Temperatur 30 °C über dem jeweiligen Erweichungspunkt Ring und Kugel lag. Dies führte zu Kontaktwinkeln von ca. 30°. Nach dem 5-minütigen Auskühlen der Proben wurden diese in warmes Wasser gelegt, welches auf eine Temperatur eingestellt war, die 5°C unter dem jeweiligen Erweichungspunkt Ring und Kugel lag. Darin verblieben die Proben für 120 Minuten. Aus der Differenz zwischen dem Anfangswinkel und dem Endwinkel nach Wasserlagerung konnten Rückschlüsse auf das Haftverhalten gezogen werden.

#### 4.4.4 Bestimmung der Haftgrenztemperatur

Mithilfe eines Versuches zur Bestimmung der Haftgrenztemperatur wurde der Einfluss des pH-Wertes auf das Haftverhalten detaillierter untersucht. Bei diesem Versuch wird die Kornklasse 5/8 mm mit Bitumen analog zu der Bitumenumhüllung beim Rolling-Bottle-Test umhüllt, in ein mit Wasser gefülltes Becherglas gegeben und alle 24 h die Temperatur um 5 °C erhöht. Begonnen wurde mit einer Temperatur von 25 °C. Alle 24 h wurde dann überprüft, ob erste Ablösungen des Bitumens vom Gestein festzustellen sind. Die Temperatur, bei der ein Umhüllungsgrad von 90 % entsprechend der Umhüllungskategorien des Rolling-Bottle-Versuches festgestellt wurde, wurde festgehalten und überprüft, welche Steifigkeit (kompl. Schermodul) das Bitumen bei dieser Temperatur aufweist. Nach dem ersten Ablösen wurde die Temperatur noch weiter erhöht, um das weitere Ablöseverhalten der jeweiligen Bitumen-Gesteinskombination zu bewerten.

Der Versuch wurde mit den folgenden Variationen durchgeführt:

- Alle vier Gesteine bei einem pH-Wert von 5 (deionisiertes Wasser)
- Alle vier Gesteine bei einem pH-Wert entsprechend des Isoelektrischen Punktes (IEP)
- Grauwacke und Diabas bei einem pH-Wert von 2 und 4

Um den Einfluss des IEP auf das Haftverhalten zu untersuchen, wurden die Gesteine bei unterschiedlichen Wasserqualitäten (pH-Wert) untersucht. Die unterschiedlichen pH-Werte wurden wie bei den Zeta-Potential-Messungen mit Hilfe von NaOH (Natronlauge) und HCl (Salzsäure) erzeugt. In Tab. 4-5 sind die verwendeten pH-Werte zur Erreichung des IEP aufgeführt.

Gestein	pH-Wert
Diabas	6
Grauwacke	6
Quarzit	4
Kalkstein	12

Tab. 4-5: pH-Werte zur Erreichung des Isolektrischen Punktes

#### 4.4.5 Neu entwickeltes Prüfverfahren

An der RUB wurde ein neues Prüfverfahren entwickelt, welches die Möglichkeiten des dynamischen Scherrheometers (DSR) nutzt. Eine Bitumenprobe wird für die Prüfung zwischen zwei Gesteinsproben positioniert und kraftschlüssig verbunden. Die Gesteinsproben wurden zuvor auf der oberen Messgeometrie des DSR und in einem Wasserbehälter fixiert (Bild 4-9). Mit Hilfe des DSR werden oszillierende Scherbeanspruchungen aufgebracht. Durch den Wasserbehälter kann der Versuch im trockenen und nassen Zustand durchgeführt werden. Die Prüfung wird jeweils bei Äquisteifigkeitstemperatur (EST) der Bitumen durchgeführt, so dass die Versuchstemperatur in Abhängigkeit von dem verwendeten Bitumen variiert. Dadurch wird der Einfluss der Viskosität des Bindemittels auf das Haftverhalten minimiert.

In diesem Projekt wurden nur Bitumen der Sorte 50/70 verwendet, so wurde - auch zum Vergleich der Ergebnisse mit den Ergebnissen des Rolling-Bottle-Tests und des Schüttelabriebversuchs - eine Prüftemperatur von 20 °C gewählt. Für die Versuche wurden anstelle der Gesteinsproben jedoch polierte Siliciumglasplatten (Durchmesser 25 mm) verwendet, die aufgrund ihres hohen Siliciumanteils als besonders haftkritisch eingestuft werden. Dadurch wurde auch ein Einfluss der Porosität der Gesteinskörnungen und der möglichen Verzahnung von Gestein und Bitumen ausgeschlossen und das Haftverhalten wird somit maßgeblich durch die chemischen Eigenschaften des Bindemittels dominiert.

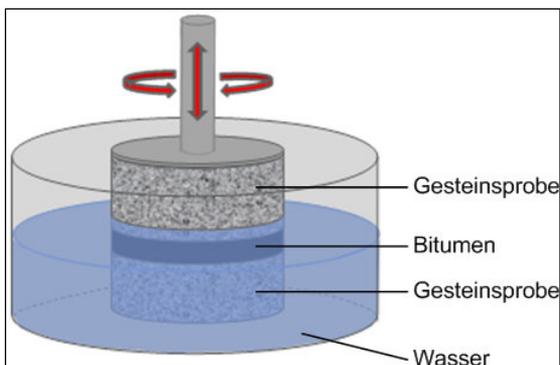


Bild 4-9: Aufbau des neuen Adhäsionsprüfverfahrens [Radenberg et al. 2012]

Für die Versuche wurden Bitumenproben mit einem Durchmesser von 8 mm und einer Einwaage von 0,25 g hergestellt. Für die Wiederholbarkeit der Versuche ist eine genaue Einwaage zwingend erforderlich. Der Einbau der Probe erfolgte mit einer Zentriervorrichtung, damit die Probe genau mittig zwischen den beiden Platten positioniert wird. Sollte dies nicht der Fall sein, kann durch eine mögliche exzentrische Belastung die Wiederholbarkeit der Versuche nicht gewährleistet werden, denn im Vergleich zu den DSR-Prüfungen gemäß [DIN EN 14770] entfällt das Trimmen der Probe, da eine Bitumenprobe mit einem Durchmesser von 8 mm bei der großen Messgeometrie verwendet wird.

In Vorversuchen wurden weitere Randbedingungen wie die Temperierungszeit, Zeitpunkt der Wasserzugabe, Spaltabstand und Deformation variiert. Mit den am Ende der Vorversuche ausgewählten Randbedingungen wurde das Haftverhalten der Bitumen V.1 und A.2 geprüft.

## 4.5 Abschließende Auswahl der Materialien

### 4.5.1 Gesteine

Nach der ersten Projektphase wurden aus dem ursprünglichen Materialspektrum von sieben Gesteinen vier Gesteine für die weiteren Versuche ausgewählt (Kalkstein, Diabas, Grauwacke, Quarzit), entsprechend ihrer geringen, mittleren und hohen Quarzgehalte.

Für die Auswahl der vier Gesteine für die Adhäsionsversuche wurde der Rolling-Bottle-Test bei der Gesteinskörnung 8/11 mm an allen Gesteinen mit einem Bindemittel (A.2) durchgeführt. Die Ergebnisse sind in Bild 4-10 dargestellt.

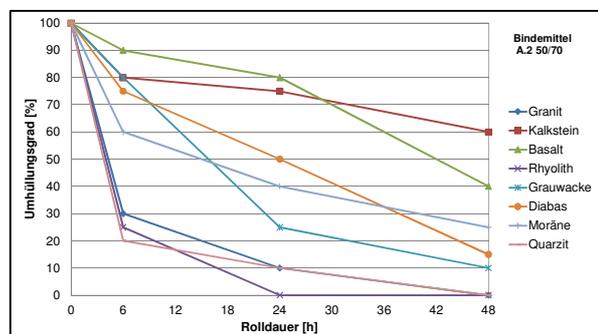
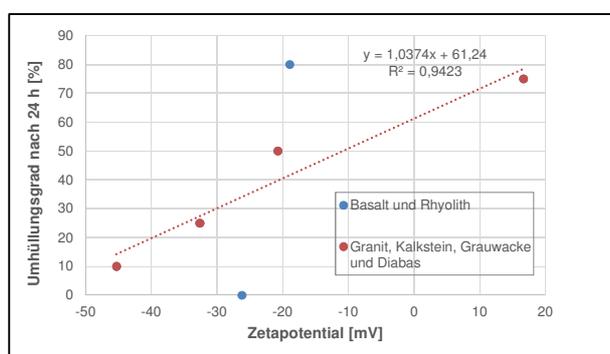


Bild 4-10: Ergebnisse des Rolling-Bottle-Tests zur Auswahl der Gesteine für weitere Adhäsionsversuche

Da bei diesem Projekt das Zeta-Potential von großer Bedeutung ist, wurde der Umhüllungsgrad nach 24 Stunden mit dem Zeta-Potential im Initialzustand der Suspension (siehe Kap. 4.3.4 und Kap.5.2.5) korreliert. Die Ergebnisse sind in Bild 4-11 zu sehen. Hier ergibt sich ein Bestimm-

heitsmaß von 0,95, wenn die Ergebnisse des Basaltes und des Rhyoliths nicht berücksichtigt werden, da diese beiden Gesteine sich von den anderen durch ihre Porosität (siehe Kap. 5.2.3) unterscheiden. Da in diesem Projekt maßgeblich die Zusammenhänge zwischen dem Haftverhalten und dem Zeta-Potential analysiert werden sollen, wurden der Basalt und der Rhyolith bei den Haftversuchen nicht weiter berücksichtigt. Für die weiteren Versuche wurden Kalkstein, Diabas, Quarzit und Grauwacke ausgewählt. Diese vier Gesteine decken die komplette Bandbreite beim Quarzgehalt und Zeta-Potential ab, aber auch bei den weiteren Gesteinseigenschaften.



**Bild 4-11:** Korrelation Umhüllungsgrad nach 24 h und Zeta-Potential ohne Berücksichtigung des Basaltes und des Rhyoliths

An den vier ausgewählten Gesteinen wurden schließlich die Zeta-Potential- und Oberflächenladungsmessungen weiter vertieft.

#### 4.6 Einfluss der Lagerungszeit der Gesteine auf das Zeta-Potential bzw. die Ladungsmenge und das Haftverhalten

Bei [HARDERS, NÖSLER, 2003; HIRSCH, FRIEMEL-GÖTTLICH, 2009] wird beschrieben, dass bei Gesteinen, die über längere Zeit gelagert wurden, eine geringere Neigung zum Stripping-Effekt besteht als bei frisch gebrochenem Gestein. Um dieser These nachzugehen, wurden die vier für die Haftversuche ausgewählten Gesteine über einen Zeitraum von vier Wochen unter definierten Lagerungs- bzw. Klimabedingungen gelagert und hinsichtlich Hafteigenschaften, Zeta-Potentials und Oberflächenladung untersucht. Mit diesen Versuchen sollte der Frage nachgegangen werden, ob mittels Zeta-Potential- bzw. PCD-Messungen und ausgesuchten Versuchen zum Haftverhalten (Haftgrenztemperatur und Rolling-Bottle-Test) Veränderungen im Adhäsionsverhalten detektiert und charakterisiert werden können.

Dazu wurden die vier Gesteinssorten Diabas, Grauwacke, Quarzit und Kalkstein zum Versuchs-

start an der RUB frisch auf die Korngröße 5/8 mm mit einem Backenbrecher gebrochen, mit Druckluft der Brechstaub entfernt und direkt mit Stickstoff beaufschlagt verpackt, um für beide Projektpartner den frisch gebrochenen Zustand (= T0) zu konservieren. Jeweilige Teilproben wurden außerdem für die geplanten Zeta-Potential Messungen aufgemahlen. Die Proben wurden geteilt und bei den beiden Projektpartnern zeitgleich im Frischzustand mit den gewählten Untersuchungsmethoden charakterisiert sowie für die folgenden Probenahmezeitpunkte unter definierten Bedingungen eingelagert. Die Einlagerung erfolgte in Trocken- bzw. Klimaschränke bei Raumtemperatur ( $22\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ ). Durch Verdunstungsschalen sowie direktes definiertes Besprühen der Proben (nur 5/8 mm-Material) mit deionisiertem Wasser (gleiches Wasser RUB/FGK) wurde eine Luftfeuchte von 80 bis 90 % rh eingestellt. Zu den Probenahmezeitpunkten wurden die vorgesehenen Teilproben zunächst getrocknet und schließlich zur Messung eingesetzt.

Um den Messaufwand in handhabbarem Rahmen zu halten, wurden die Proben nach dem in Tab. 4-6 aufgeführtem Zeitschema untersucht:

Probe	Frisch T0	nach 1 Woche T1	nach 2 Wochen T2	nach 4 Wochen T4
Diabas	x	x	x	x
Kalkstein	x	x	x	x
Quarzit	x	-	-	x
Grauwacke	x	-	-	x

**Tab. 4-6:** Zeitschema der Lagerungsversuche

Es wurden folgende Proben für die Versuche verwendet:

Mahlproben: Zeta-Potential- und PCD-Messungen

5/8 mm: PCD-Messungen, Haftgrenztemperatur und Rolling-Bottle-Test

Der Rolling-Bottle-Test wurde beim Diabas und Kalkstein bis zu 48 h durchgeführt, beim Quarzit und der Grauwacke wurde eine Versuchsdauer von 24 h gewählt. So konnten die verschiedenen Varianten innerhalb von einer Woche geprüft werden. Der Diabas und der Kalkstein wurden entsprechend einen Tag früher gebrochen als der Quarzit und die Grauwacke. Als Bitumen wurde

das V.1 ausgewählt. Beim Versuch zur Bestimmung der Haftgrenztemperatur wurde neben dem V.1 zusätzlich das Bitumen A.2 verwendet.

#### 4.7 Einfluss von Haftverbesserern auf das Haftverhalten

Um das Haftverhalten zwischen Gestein und Bindemittel positiv zu beeinflussen - gerade wenn es sich um die Verwendung von als haftkritisch eingestuftem Gesteinen handelt - wird der Einsatz von haftverbessernden Zusätzen erwogen. Bei den auf dem Markt als Haftverbesserer erhältlichen Produkten handelt es sich vorwiegend um primäre Amine bzw. Amide [HIRSCH, 2009]. Sie wirken grenzflächenaktiv und können die Polarität der Bitumenoberfläche dahingehend verändern, dass zwischen Bitumen und Gestein starke Anziehungskräfte (Coulomb-Kräfte) entstehen und eine chemische Bindung des Bitumens an die Gesteinsoberfläche ausgebildet werden kann [NEHRINGS, 2009]. Folglich können dadurch neben einer besseren Benetzbarkeit möglicherweise auch negative Einflüsse durch Wasser (wie z. B. Stripping) verringert werden.

Außer den beschriebenen Additiven sollen möglicherweise auch viskositätsverändernde Zusätze, die üblicherweise bei der Herstellung von Niedrigtemperaturasphalt verwendet werden, aufgrund ihrer chemischen Ähnlichkeit die Hafteigenschaften verbessern können.

Im Rahmen der Untersuchungen wurden deshalb zwei haftverbessernde Zusätze (im Folgenden Z.1 und Z.2) und ein viskositätsverändernder Zusatz (Z.3) ausgewählt, um deren Einfluss auf das Haftverhalten zu bestimmen. Aufgrund der bisherigen Ergebnisse wurden die Versuche mit den beiden Bindemitteln A.2. und V.1 sowie den Gesteinen Quarzit und Kalkstein durchgeführt. Die Zugabemenge der Additive richtete sich dabei nach den Herstellerangaben für ein Bitumen 50/70 und

betrug für Z.1 0,2 M.-%, für Z.2 0,3 M.-% und für Z.3 2,5 M.-%.

Zur Bestimmung des Einflusses der Additive wurde zum einen der Rolling-Bottle-Test gemäß [DIN EN 12697-11] an der Körnung 5/8 mm ausgewählt. Die Umhüllungsgrade wurden nach einer Rolldauer von 6, 24 und 48 Stunden bestimmt.

Zum anderen wurde die Tropfenkonturanalyse im DSA 100 nach der Methode des „hängenden Tropfens“ an Bitumen plus Additiv und das Spreitverhalten nach der Methode des „liegenden Tropfens“ an Bitumen plus Additiv auf Gestein bestimmt. Aus den ermittelten Werten wurde zusätzlich die Adhäsionsarbeit zur Beurteilung des Haftverhaltens berechnet.

## 5 Versuchsergebnisse

### 5.1 Bitumeneigenschaften

#### 5.1.1 Physikalische Eigenschaften

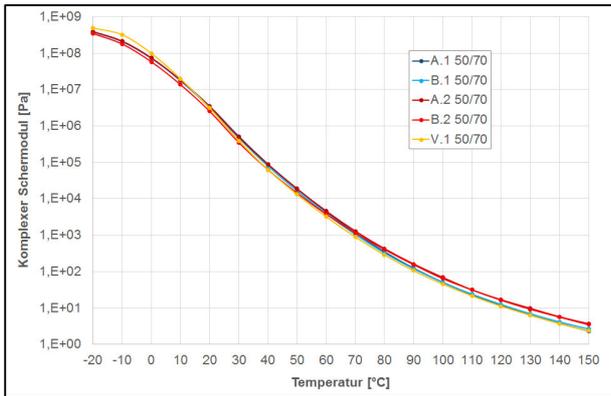
Die Ergebnisse der Nadelpenetration, des Erweichungspunktes Ring und Kugel und dem Brechpunkt nach Fraaß sind in Tab. 5-1 zusammengefasst.

Die Ergebnisse der Nadelpenetration fallen sehr niedrig aus, wobei bei einem Bitumen der Sorte 50/70 der Minimalwert bei 50 1/10 mm liegt. Die Bitumen A.1 und B.1 unterschreiten diesen Wert, der sich auch bei Überprüfung durch ein weiteres Labor bestätigte.

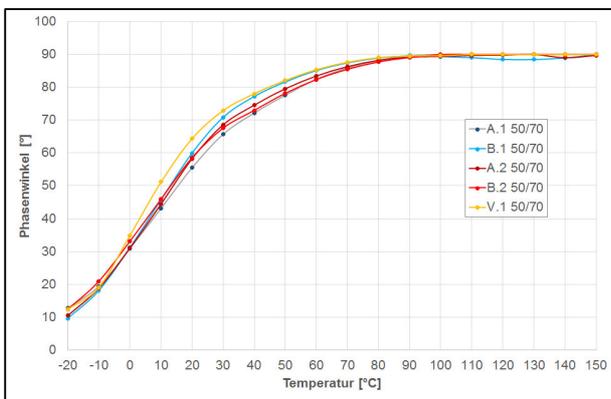
Die Ergebnisse der Versuche mit dem dynamischen Scherrheometer bei einer Frequenz von 1,59 Hz in einem Temperaturbereich von -20 bis 150 °C sind in Bild 5-1 und in Bild 5-2 für die ausgewählten Bitumen vergleichend dargestellt.

		Bitumenprobe				
		A.1	B.1	A.2	B.2	V.1
Nadelpenetration	[1/10 mm]	47,6	45,7	50,4	57,4	57,5
Nadelpenetration nach RTFOT	[1/10 mm]	34,8	30,4	35,6	39,5	33,4
Verbleibende Nadelpenetration	[%]	73,1	66,5	70,6	68,8	58,1
Erweichungspunkt Ring und Kugel	[°C]	51,0	50,6	50,0	49,8	49,0
Erweichungspunkt Ring und Kugel nach RTFOT	[°C]	57,6	56,7	55,6	55,6	55,1
Delta Erweichungspunkt Ring und Kugel	[°C]	6,6	6,1	5,6	5,8	6,1
Brechpunkt nach Fraaß	[°C]	-16	-11	-12	-11	-8

Tab. 5-1: Ergebnisse der Nadelpenetration, des Erweichungspunktes Ring und Kugel und des Brechpunktes nach Fraaß



**Bild 5-1:** Komplexer Schermodul bei -20 bis 150 °C



**Bild 5-2:** Phasenwinkel bei -20 bis 150 °C

Die Ergebnisse des Biegebalkenrheometers bei -25 °C, -16 °C und -10 °C sind in Tab. 5-2 zusammengefasst.

Bitumenprobe	Biegekriechsteifigkeit [MPa]			m-Wert [-]		
	-25 °C	-16 °C	-10 °C	-25 °C	-16 °C	-10 °C
A.1	723	201	73	0,246	0,392	0,478
B.1	838	248	107	0,210	0,363	0,446
A.2	726	220	85	0,225	0,371	0,454
B.2	636	220	85	0,250	0,391	0,460
V.1	943	308	86	0,201	0,374	0,493

**Tab. 5-2:** m-Wert und Biegekriechsteifigkeit bei -25 °C, -16 °C und -10 °C

In Tab. 5-3 sind die Oberflächenspannungen der Bitumen aufgeführt. Die ermittelten Werte liegen in einer Spanne von 31,0 mN/m bis 32,1 mN/m sehr eng beieinander. Dabei besitzt das Bindemittel A.1 die niedrigste Oberflächenspannung und das Bindemittel B.1 die höchste.

Bitumenprobe	Oberflächenspannung [mN/m]
A.1	31,0
B.1	32,1
A.2	31,8
B.2	31,4
V.1	31,3

**Tab. 5-3:** Oberflächenspannung der Bitumen mit der Methode des „hängenden Tropfens“

### 5.1.2 Chemische Eigenschaften

Die Ergebnisse der SARA-Fraktionierung wurden bereits für die Auswahl der Bitumen herangezogen und sind in Kapitel 4.1.1 Tab. 4-2 zusammengefasst. Die Ergebnisse des Asphaltstatus nach Zenke sind in Tab. 4-1 aufgeführt.

Die Xylolzahl, der Paraffingehalt und die Säurezahl sind Tab. 5-4 zu entnehmen.

Bitumenprobe	Xylolzahl [-]	Paraffingehalt [M.-%]	Säurezahl [mg KOH/g]
A.1	34	0,5	9,8
B.1	35	0,8	8,2
A.2	31	0,5	5,2
B.2	42	0,5	4,2
V.1	29	0,1	7,2

**Tab. 5-4:** Xylolzahl, Paraffingehalt und Säurezahl

In Tab. 5-5 sind die Ergebnisse der Elementanalyse, die durch die BAST durchgeführt wurde, zusammengefasst.

Element	Bitumenprobe				
	A.1	B.1	A.2	B.2	V.1
Al	9,2	8,8	6,2	6,9	5,9
Ca	14,0	35,9	8,3	19,9	78,2
Cr	1,1	<0,5	0,7	3,6	1,1
Fe	24,7	27,8	15,7	27,8	15,5
Mg	4,5	2,5	2,1	3,4	17,7
Mn [mg/kg]	<0,5	<0,5	<0,5	<0,5	1,3
Ni	97,8	103,0	41,3	56,0	82,3
Sr	<0,5	<0,5	<0,5	<0,5	1,3
Ti	<0,5	<0,5	0,8	0,7	1,1
V	401,4	720,5	193,0	221,2	614,3
Zn	3,9	5,6	25,5	17,8	5,8

**Tab. 5-5:** Elementanalyse der Bitumen

### 5.1.3 Ladungsmessungen an Bitumenproben mittels PCD

Im Rahmen einer kleinen Versuchsreihe wurde getestet, ob sich die PCD-Methode auch für die Ladungscharakterisierung von Bitumenproben eignet. Bei einer erfolgreichen Messung von Bitumenproben werden weiterführende Erkenntnisse im Kontext zu den Ladungsmessungen an den Gesteinsproben erwartet. Analog zu den Gesteinsproben wurden dazu Proben mit einer Korngröße hergestellt, die in etwa der Korngrößenfraktion 5/8 mm entsprechen. Die Bitumenproben wurden dazu aufgeschmolzen und auf Silikonmatten gegossen, um das durch Tiefkühlen erstarrte Material anschließend in passende Stücke zu brechen. Ein weiterer Versuchsansatz bestand darin, mit Bitumen umhüllte Gesteine (analog zum Rolling-Bottle-Test) zur Messung einzusetzen. Beide Herangehensweisen führten jedoch im getesteten Rahmen noch nicht zum Ziel. Die Testmessungen mit den reinen Bitumenbröckchen schienen von den reinen Messwerten zwar reproduzierbar, allerdings ist eine gleichmäßige Benetzung und damit Reaktion mit dem Polyelektrolyten nicht gegeben, da die Bitumenproben durch ihre im Vergleich zur Polyelektrolytlösung niedrigere Dichte aufschwimmen.

Der alternative Versuch, bitumenumhüllte Gesteine zur Messung einzusetzen, begründete sich darauf, damit das Dichteproblem zu umgehen. Gleichzeitig wurde angenommen, dass die Gesteine gleichmäßig und vollständig von Bitumen umhüllt sind, so dass tatsächlich nur das Bitumen mit dem Polyelektrolyten reagiert und so bezüglich seiner Ladungsmenge charakterisiert werden kann. Dazu wurden je zwei bezüglich ihrer Ladungseigenschaften völlig gegensätzliche Gesteine (Quarzit und Kalkstein) mit je zwei Bitumensorten umhüllt, die ebenfalls möglichst gegensätzlichen Charakter zeigen (A.2 und V.1). Aufgrund der Annahme einer vollständigen Umhüllung sollten die beiden Gesteinssorten mit derselben Bitumensorte umhüllt jeweils das gleiche Messergebnis zeigen. Eine Herausforderung in der Probenpräparation ist dabei die gleichmäßige, vergleichbare und mengenmäßig genau definierte Umhüllung der Gesteinskörner.

Der Verbrauch an Titrationsmittel war bei diesen Messreihen jedoch so gering, dass zum Blindwert der Polyelektrolytlösungen ohne Probe kein signifikanter Unterschied bestand. Dadurch kann weder der generelle Ladungscharakter (positive oder negative Oberflächenladung) noch die spezifische Ladungsmenge sicher bestimmt werden. Die Messung muss somit bezüglich der getesteten Rah-

menparameter als nicht aussagekräftig gewertet werden.

Eine generelle Herausforderung für die Messmethode besteht im hydrophoben Charakter der Bitumenproben bzw. Bitumenhülle, der die gleichmäßige Reaktion mit der zur Ladungsmessung eingesetzten wässrigen Polyelektrolytlösung infrage stellt.

Eine mögliche Lösung kann hier der Einsatz geeigneter, alternativer Reaktionsmittel bzw. eine Mischung der Standardelektrolytlösungen mit passenden Lösungsmitteln sein. Laut Messgerätehandbuch sind Mischungen von wässrigen und organischen Lösemitteln in gewissem Rahmen möglich. Diese müssen jedoch in eigenen Versuchsreihen auf ihre Eignung getestet werden. Auch ist die weitere Variation der Versuchsrandbedingungen ein Ansatzpunkt. Dies konnte allerdings im begrenzten Projektzeitrahmen nicht mehr umgesetzt werden. Für zukünftige Forschungen sollte dieser Ansatz jedoch weiter verfolgt werden.

## 5.2 Gesteine

In den folgenden Unterkapiteln sind die Ergebnisse der Gesteinsuntersuchungen dargestellt.

### 5.2.1 Kornverteilung und spezifische Oberfläche

In Tab. 5-6 und 5-7 sind die Ergebnisse aus den Korngrößenanalysen sowohl an den Lieferfraktionen als auch den jeweiligen Mahlproben zusammengestellt.

Aufgrund unterschiedlicher Härten und Spaltverhalten der Gesteinsarten konnte keine exakt gleiche Kornverteilung beim Aufmahlen erzielt werden.

An den Mahlproben wurde weiterhin die spezifische Oberfläche nach BET bestimmt, die Ergebnisse sind in Tab. 5-8 aufgeführt.

Die Messung der spezifischen Oberfläche nach BET am Material der Kornfraktion 8/11 mm war aus gerätetechnischen Gründen nicht durchführbar. Daher wurde auf die nächstkleinere Fraktion 5/8 mm ausgewichen. Hier stellte sich jedoch in Testmessungen heraus, dass sowohl durch die Schwierigkeit einer repräsentativen Probenahme (sehr kleines Messkolben- und damit Probenvolumen im Verhältnis zur Probengröße) als auch durch die für niedrige spezifische Oberflächen ( $< 1 \text{ m}^2/\text{g}$ ) prinzipiell schlecht geeignete Messmethode die Standardabweichung und damit die Messunsicherheit inakzeptabel hoch wird. Der Versuch, die spezifische Oberfläche am Grobkorn mittels BET zu bestimmen, wurde daher eingestellt.

Gestein	Siebrückstand [M.-%]				
	Siebgröße [mm]				
	> 11,2	8-11,2	5-8	2-5	< 2
Basalt	7,0	62,2	30,4	0,3	0,2
Diabas	11,8	70,3	16,3	0,7	0,5
Granit	11,2	78,3	9,7	0,3	0,6
Grauwacke	15,6	73,5	10,4	0,1	0,4
Kalkstein	12,4	80,1	6,3	0,3	0,8
Rhyolith	19,8	69,7	10,2	0,1	0,2
Quarzit	9,0	74,4	16,3	0,1	0,2

Tab. 5-6: Kornverteilung der Proben im Lieferzustand, bestimmt mittels Trockensiebung

Gestein	Dv10	Dv50	Dv90	< 2 µm	< 63 µm
	[µm]	[µm]	[µm]	[Vol.-%]	[Vol.-%]
Basalt	1,1	6,2	31,7	22,5	98,7
Diabas	1,4	10,2	46,3	15,9	95,4
Granit	1,7	11,6	52,0	12,4	94,1
Grauwacke	1,6	10,7	48,7	13,6	95,9
Kalkstein	0,9	5,3	29,6	27,0	99,6
Rhyolith	1,5	9,5	39,8	15,5	98,2
Quarzit	2,1	15,8	72,9	9,5	85,9

Tab. 5-7: Kornverteilung der jeweiligen Mahlproben aus Laserstreulichtverfahren

Gestein	Spez. Oberfläche [m <sup>2</sup> /g]
Basalt	6,42
Diabas	4,55
Granit	2,42
Grauwacke	4,51
Kalkstein	2,12
Rhyolith	3,55
Quarzit	1,84

Tab. 5-8: Spezifische Oberfläche der Mahlproben nach BET

## 5.2.2 Chemisch-mineralogische Analysen

Tab. 5-9 zeigt die Ergebnisse der chemischen Analyse mittels Röntgenfluoreszenz.

Bei der Darstellung der Ergebnisse ist zu berücksichtigen, dass die gemessenen Elemente immer in der Oxidform angegeben werden und nur in Kombination mit der mineralogischen Analyse aussagekräftig sind. So beziehen sich beispielsweise die Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Gehalte im Quarzit tatsächlich auf den Hämatit (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Fe<sup>3+</sup>), wogegen die Eisengehalte im Basalt als Fe<sup>2+</sup> an das Mineral Olivin (Fe,Mg)<sub>2</sub>[SiO<sub>4</sub>] gebunden sind.

Die mineralogische Zusammensetzung wurde qualitativ mittels Röntgenbeugung untersucht und der Quarzgehalt semi-quantitativ unter Berücksichtigung der chemischen Analyse ausgewertet. Die Ergebnisse sind in Tab. 5-10 und Tab. 5-11 zusammengefasst.

Elementoxid	Basalt	Diabas	Granit	Grauwacke	Kalkstein	Rhyolith	Quarzit
SiO <sub>2</sub>	45,4	50,5	73,9	78,1	1,7	69,1	92,8
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	15,0	14,8	14,2	10,0	0,5	14,9	3,8
TiO <sub>2</sub>	3,3	1,8	0,3	0,8	< 0,01	0,5	0,3
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	13,4	12,3	1,7	4,1	0,3	3,8	1,6
CaO	9,7	6,9	0,5	1,8	95,1	2,0	0,1
K <sub>2</sub> O	1,6	0,5	5,6	2,4	0,1	5,1	1,1
MgO	7,5	9,0	0,5	1,5	2,2	0,9	0,2
MnO	0,2	0,2	0,0	0,1	0,1	0,1	< 0,01
Na <sub>2</sub> O	3,0	3,4	2,9	0,9	< 0,01	3,3	< 0,01
Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,0	0,1	< 0,01	0,0	< 0,01	< 0,01	0,0
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0,6	0,2	0,3	0,1	0,0	0,2	0,0
SO <sub>3</sub>	0,0	0,2	0,1	0,1	0,1	0,0	< 0,01
SrO	0,1	0,0	< 0,01	< 0,01	0,1	0,0	< 0,01
V <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0,1	0,0	< 0,01	< 0,01	< 0,01	< 0,01	< 0,01
ZnO	0,0	0,0	< 0,01	< 0,01	< 0,01	< 0,01	< 0,01
ZrO <sub>2</sub>	0,1	0,0	0,0	0,1	< 0,01	0,1	0,0
Summe:	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0
Glühverlust	1,0	5,5	1,0	3,4	42,8	1,1	0,7

Tab. 5-9: Ergebnisse der RFA berechnet auf geglähtes Material, alle Angaben in M.-%

Mineralphasen Qualitativ	Basalt	Diabas	Granit	Grauwacke	Kalkstein	Rhyolith	Quarzit
Olivin (Fe-haltiger Forsterit)	X	-	-	-	-	-	
Klinopyroxen (D=Diopsid/A=Augit)	X <sub>D</sub>	X <sub>A</sub>	-	-	-	-	
Mg-Hornblende	-	X	-	-	-	-	
Plagioklas (Albit=Ab bzw. Andesin=An)	X <sub>An</sub>	X <sub>Ab</sub>	X <sub>Ab</sub>	X <sub>Ab</sub>	-	X <sub>Ab</sub>	
Kalifeldspat (wahrscheinlich Mikroklin)	-	-	X	X	-	X	
Spinell (Titanomagnetit Ti-haltiger Magnetit)	X	-	-	-	-	-	
Quarz	-	X	X	X	X	X	X
Chlorit (Clinochlor) (V= Chlorit oder Vermikulit)	-	X	X	X	-	X <sub>V</sub>	
Muskovit (B=Muskovit oder/und Biotit bzw. I=Muskovit/Illit)	-	X	X <sub>B</sub>	X	-	X <sub>B</sub>	X <sub>I</sub>
Hämatit	-	-	-	-	-	-	X
Kaolinit	-	-	-	-	-	-	X
Calcit	-	-	-	-	X	-	
Dolomit	-	-	-	-	X	-	

Tab. 5-10: Mineralogische Zusammensetzung der Gesteine\*

\*die Reihenfolge der Mineralphasenlistung gibt keinen Aufschluss über die quantitative Verteilung der Phasen

Gestein	Quarzgehalt [M.-%] (semiquantitativ)
Basalt	nicht nachweisbar
Diabas	5,5 - 7,5
Granit	24 - <u>35</u>
Grauwacke	46 - 52
Kalkstein	≤ 1,25
Rhyolith	17 - 21
Quarzit	85,5 - <u>88,3</u>

Tab. 5-11: Quarzgehalt der Gesteine (semi-quantitativ)

*kursiv: > obere Kalibrationsgrenze*

unterstrichen: wahrscheinlicherer Wert

Tab. 5-12 zeigt die Ergebnisse aus der Bestimmung der löslichen Salze. Je Gesteinssorte sind die Untersuchungen sowohl an der Ausgangsfraction 8/11 mm und der Mahlprobe (MP) gegenübergestellt.

Bei der Bestimmung der löslichen Salze wurden an den jeweiligen Eluatproben außerdem der pH-Wert sowie die elektrische Leitfähigkeit bestimmt (Tab. 5-13).

Element	Basalt [mg/kg TS]		Diabas [mg/kg TS]		Granit [mg/kg TS]		Grau-wacke [mg/kg TS]		Kalkstein [mg/kg TS]		Rhyolith [mg/kg TS]		Quarzit [mg/kg TS]	
	8/11	MP	8/11	MP	8/11	MP	8/11	MP	8/11	MP	8/11	MP	8/11	MP
Ca	27	54	51	66	9	19	51	58	55	89	36	45	63	5
K	4	28	3	22	14	142	11	117	1	9	7	66	7	50
Mg	9	35	8	20	2	11	7	10	6	13	4	7	3	1
Na	17	112	19	75	9	91	24	37	1	14	16	77	11	20
Cl	18	39	23	27	6	13	32	33	11	38	19	83	30	14
SO <sub>4</sub>	< 5	33	31	41	42	68	28	30	13	44	9	19	6	5

MP = Mahlprobe

Tab. 5-12: Lösliche Salze aus Bestimmung mittels ICP-OES im Eluat nach [DIN 38414-4] bzw. mittels Ionenchromatographie nach [DIN EN ISO 10304-1]; Werte bezogen auf die Trockensubstanz

Parameter	Basalt		Diabas		Granit		Grauwacke		Kalkstein		Rhyolith		Quarzit	
	8/11	MP	8/11	MP	8/11	MP	8/11	MP	8/11	MP	8/11	MP	8/11	MP
Leitfähigkeit [μs/cm]	34	133	49	100	33	73	51	111	41	75	35	102	43	35
pH-Wert	8,7	9,3	9,4	9,0	7,2	8,2	8,7	9,0	8,2	8,4	8,6	8,9	7,6	7,4

MP = Mahlprobe

Tab. 5-13: Leitfähigkeit- und pH-Wertbestimmung im Eluat nach [DIN 38414, Teil 4]

### 5.2.3 Sonstige Gesteinskennwerte

In Tab. 5-14 sind die mittels Heliumpyknometrie bestimmten Reindichtewerte aufgeführt.

Gestein	Reindichte [g/cm <sup>3</sup> ]
Basalt	3,024
Diabas	2,881
Granit	2,658
Grauwacke	2,754
Kalkstein	2,739
Rhyolith	2,658
Quarzit	2,699

Tab. 5-14: Reindichtebestimmung an Mahlproben nach FGK-AV Heliumpyknometrie

Über die Reindichte und die Rohdichte der Gesteinskörnungen wurde die Porosität berechnet. Die Werte sind Tab. 5-15 zu entnehmen.

Gestein	Rohdichte 8/11 mm [g/cm <sup>3</sup> ]	Reindichte [g/cm <sup>3</sup> ]	Porosität [%]
Basalt	2,959	3,024	2,1
Diabas	2,860	2,881	0,7
Granit	2,632	2,658	1,0
Grauwacke	2,706	2,754	1,7
Kalkstein	2,715	2,739	0,9
Rhyolith	2,651	2,658	0,3
Quarzit	2,669	2,699	1,1

Tab. 5-15: Porosität berechnet über Roh- und Reindichte

### 5.2.4 Untersuchungen zur Oberflächenspannung

Die Oberflächenspannungen der ausgewählten Gesteine mit den dispersen und polaren Anteilen zeigt das Bild 5-3. Hierbei handelt es sich jeweils um den Mittelwert aus fünf Messungen. Beim Diabas konnte keine Oberflächenspannung ermittelt werden, da die polierten Flächen eine zu geringe Rauheit (Bild 5-5) besaßen und die Prüflösungen so stark spreiteten, dass kein Winkel gemessen werden konnte. Die Aufnahmen des Rasterelektronenmikroskops vom Kalkstein, Quarzit

und der Grauwacke sind in Bild 5-5 bis Bild 5-8 zu sehen.

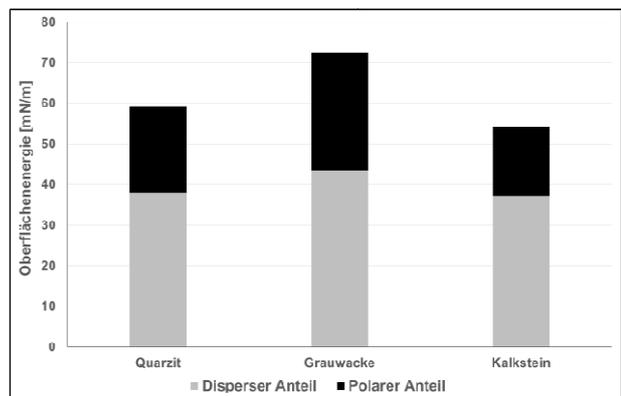


Bild 5-3: Polare und disperse Anteile der verschiedenen Gesteinsoberflächen

Auffällig sind die deutlich höhere Oberflächenspannung und der höhere disperse Anteil der Grauwacke. Der geringste polare Anteil und die geringsten Oberflächenspannung konnte für den Kalkstein gemessen werden. In Ergebnissen anderer Forschungsprojekte wurden jedoch größere Spreizungen der polaren und dispersen Anteile zwischen dem Quarzit und Kalkstein ermittelt.

Das Bild 5-4 zeigt die gemäß der modifizierten Gleichung von Young-Dupré [VAN OSS et al., 1988] berechnete Adhäsionsarbeit für die Gesteinsoberflächen.

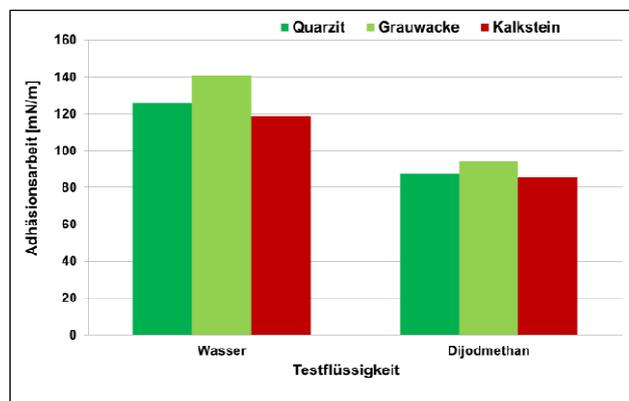
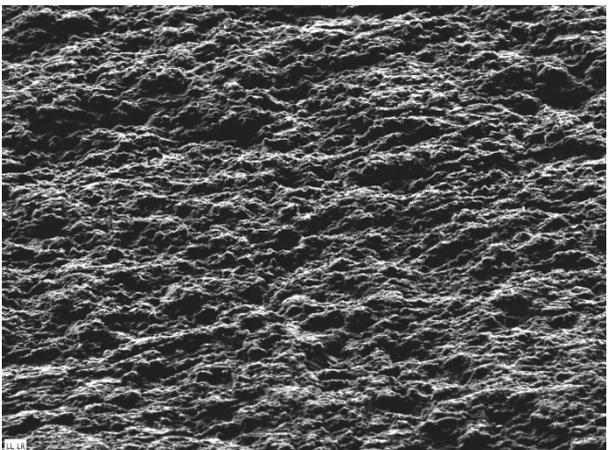


Bild 5-4: Adhäsionsarbeit der Gesteinsoberflächen mit Prüflösungen unterschiedlicher Polarität

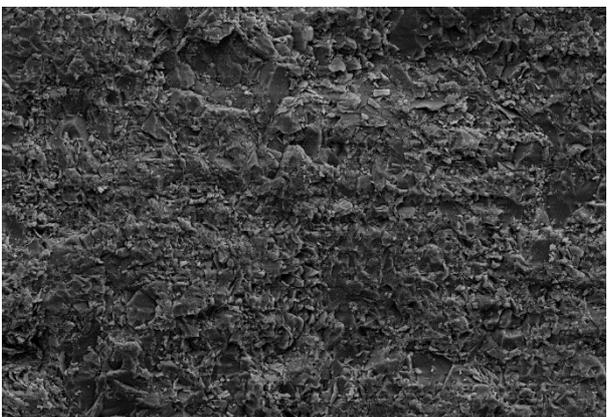
Bei der Verwendung der gleichen Prüflösung unterschieden sich die errechneten Adhäsionsenergien deutlich weniger als beim Vergleich der Lösungen, wobei jeweils für die Grauwacke die größte Adhäsionsarbeit ermittelt wurde. Mit dem Reinstwasser wurde beispielweise für die Grauwacke mit 131 mN/m ein deutlich höherer Wert erreicht als mit Dijodmethan (94 mN/m). Der Einfluss auf die Adhäsionsarbeit durch die Testflüssigkeit war somit gut erkennbar.



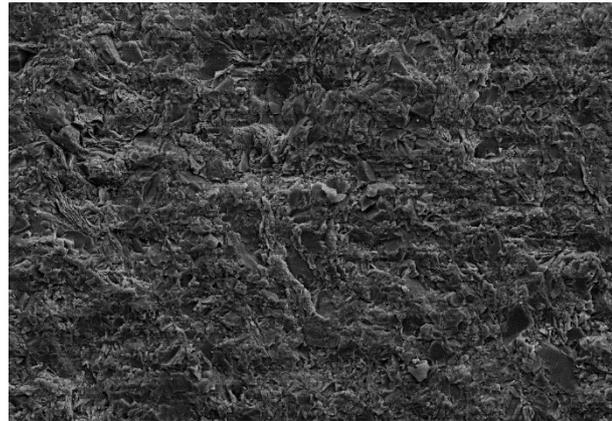
**Bild 5-5:** Aufnahme Rasterelektronenmikroskop Diabas



**Bild 5-6:** Aufnahme Rasterelektronenmikroskop Kalkstein



**Bild 5-7:** Aufnahme Rasterelektronenmikroskop Quarzit



**Bild 5-8:** Aufnahme Rasterelektronenmikroskop Grauwacke

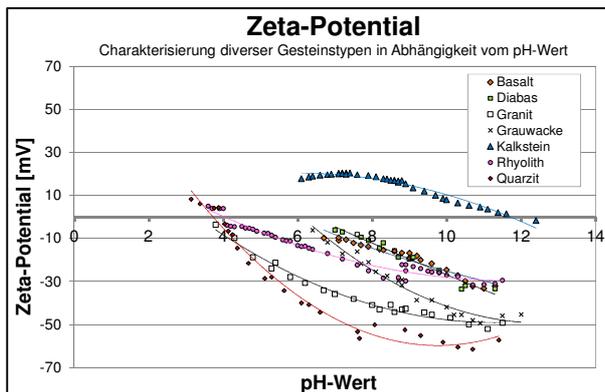
### 5.2.5 Untersuchungen zum Zeta-Potential und zur Oberflächenladung

Bei der Zeta-Potentialmessung der jeweiligen Probensuspensionen im Initialzustand (Basismessung Zeta-Potential) zeigt sich eine große Bandbreite der Zeta-Potentialwerte der untersuchten Gesteinsarten (Tab. 5-16). Der pH-Wert stellt sich bei allen Suspensionen (Ansatz mit deionisiertem Wasser) im leicht basischen Bereich ein. Alle Gesteine bis auf den Kalkstein weisen dabei ein negatives Zeta-Potential auf.

Gestein	pH-Wert	Leitfähigkeit [µS/cm]	Zeta-Potential [mV]
Basalt	9,2	206	-18,8
Diabas	8,7	136	-19,3
Granit	8,7	114	-44,7
Grauwacke	8,8	151	-30,8
Kalkstein	8,6	100	16,7
Rhyolith	8,8	142	-26,2
Quarzit	7,7	43	-53,9

**Tab. 5-16:** Zeta-Potential der Gesteinsprobensuspensionen im Initialzustand (20 M.-% Mahlprobe in deionisiertem Wasser) nach [FGK-AV Zeta-Potential Basismessung]

Das Zeta-Potential der Proben wurde weiterhin in Abhängigkeit vom pH-Wert charakterisiert. Dazu wurden je Gesteinsprobe analog zu den „Basismessungen Zeta-Potential“ zwei Messsuspensionen angesetzt (20 M.-% Mahlprobe in deionisiertem Wasser) und davon die eine in den basischen Bereich (NaOH), die andere in den sauren Bereich (HCl) titriert. Bild 5-9 zeigt den Kurvenverlauf für alle im Projekt untersuchten Gesteine.



**Bild 5-9:** Zeta-Potential der Gesteinsprobensuspensionen in Abhängigkeit vom pH-Wert

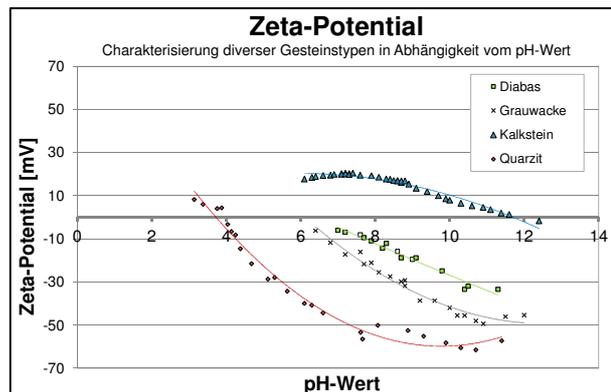
Bei der Durchführung der Messung ist aufgefallen, dass die Gesteine Basalt, Diabas, Grauwacke und Kalkstein bei pH-Werten  $< \text{pH } 7$  Lösungs- bzw. Puffereffekte zeigten, so dass eine weitere Titration ab pH-Werten  $< \text{pH } 6$  nicht mehr sinnvoll durchführbar ist. Daher konnten nicht bei allen sieben Gesteinen dieselben pH-Bereiche abgefahren werden. Die Abschätzung des Isolektrischen Punktes über Extrapolation kann jedoch als hinreichend genau angenommen werden.

Bild 5-10 zeigt nochmals im Detail die Verläufe der Zeta-Potentiale in Abhängigkeit vom pH-Wert für die vier für die weitergehenden Untersuchungen ausgewählten Gesteinssorten.

In Tab. 5-17 sind die Zeta-Potentiale der Gesteinssuspensionen im Initialzustand sowie die Lage des Isolektrischen Punktes zusammengefasst.

Gestein	Initialwert Suspension		Isolektrischer Punkt bei pH
	pH-Wert	Zeta-Potential [mV]	
Basalt	9,2	-18,8	Puffer-/ Lösungseffekte Extrapoliert: ca. pH 5,5 bis 6
Diabas	8,7	-19,3	Puffer-/ Lösungseffekte Extrapoliert: ca. pH 6
Granit	8,7	-44,7	ca. pH 4
Grauwacke	8,8	-30,8	Puffer-/ Lösungseffekte Extrapoliert: ca. pH 6
Kalkstein	8,6	16,7	ca. pH 12
Rhyolith	8,8	-26,2	ca. pH 4
Quarzit	7,7	-53,9	ca. pH 4

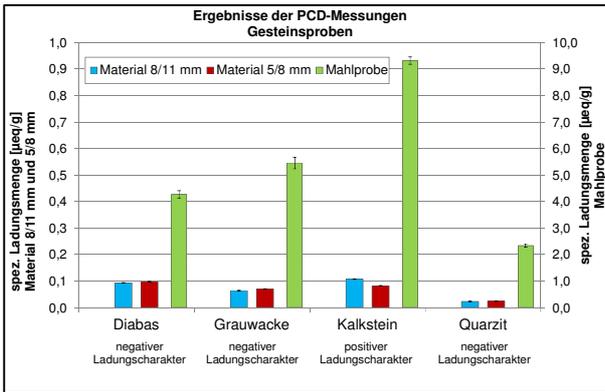
**Tab. 5-17:** Zusammenfassung Zeta-Potential der Gesteinsprobensuspensionen im Initialzustand/Lage des Isolektrischen Punktes



**Bild 5-10:** Zeta-Potential in Abhängigkeit vom pH-Wert (Detailansicht der ausgewählten Gesteine)

Die Basismessungen zur spezifischen Ladungsmenge mittels PCD-Methode wurden wie in Kapitel 4.3.4 beschrieben an allen drei Gesteinsfraktionen (8/11 mm, 5/8 mm und Mahlproben) der ausgewählten Gesteine durchgeführt. Die Ergebnisse sind in Bild 5-11 dargestellt. Erwartungsgemäß zeigen die Mahlproben aufgrund ihrer höheren spezifischen Oberfläche eine im Vergleich zu den Grobkornproben höhere spezifische Ladungsmenge. Auch bestätigt der durch die PCD-Messung bestimmte generelle Charakter der Ladung (positive bzw. negative Oberflächenladung) der einzelnen Gesteinssorten die Erkenntnisse aus den Zeta-Potential Messungen (der pH-Wert der Elektrolytlösung zum Probenansatz liegt dabei im neutralen bis leicht basischen Bereich). Jedoch zeigt der Quarzit als Probe mit dem höchsten Zeta-Potentialwert (Betrag) in der Ladungsmessung mittels PCD die niedrigste spezifische Ladungsmenge. Dies kann jedoch mit der völlig unterschiedlichen Messmethodik und ihren ebenso unterschiedlichen Messgrößen begründet werden, sodass hier die Ergebnisse keinen Widerspruch darstellen.

Weiterhin muss angemerkt werden, dass die mit den gewählten Randbedingungen gemessenen absoluten spezifischen Ladungsmengen der untersuchten Proben – insbesondere der Grobkornproben – als sehr niedrig einzustufen sind. Daher ist es schwierig zu bewerten, welche Signifikanz die gemessenen Unterschiede bezüglich der spezifischen Ladungsmenge zwischen den einzelnen Gesteinssorten bzw. deren Fraktionen 8/11 mm und 5/8 mm tatsächlich aufweisen und welchen Effekt diese auf die Haftigenschaften haben bzw. sich als Beurteilungskenngröße eignen.



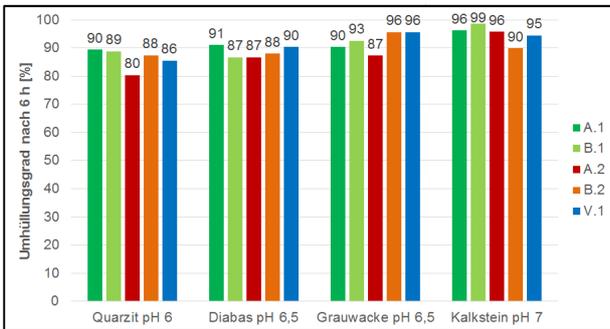
**Bild 5-11:** Charakterisierung der spezifischen Ladungsmenge mittels PCD der ausgewählten Gesteine (Basismessung)

### 5.3 Ergebnisse der Haftversuche

#### 5.3.1 Ergebnisse der Rolling-Bottle-Tests

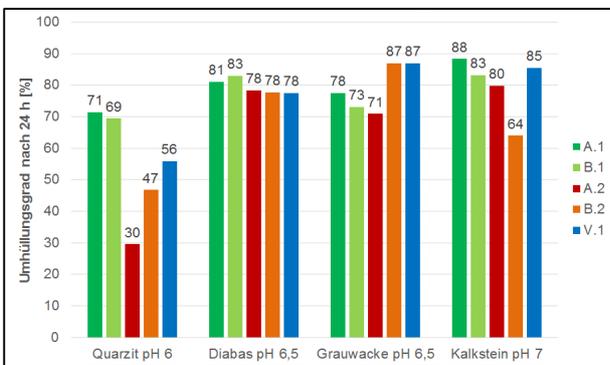
Die Ergebnisse des Rolling-Bottle-Tests nach 6 h, 24 h und 48 h sind in Bild 5-12 bis Bild 5-14 dargestellt.

Die Ergebnisse nach einer Rollzeit von 6 Stunden ließen noch keine Differenzierung erkennen.

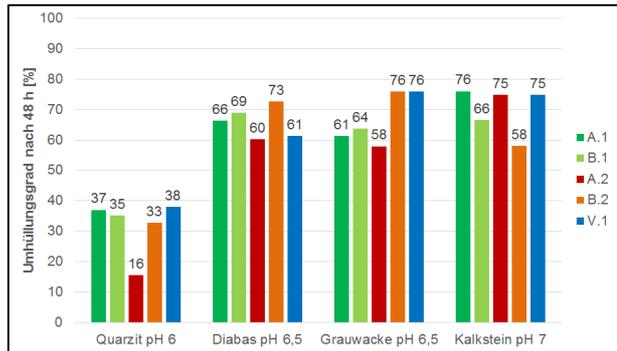


**Bild 5-12:** Umhüllungsgrade nach 6 h

Die geringsten Umhüllungsgrade werden nach 24 und 48 h, wie erwartet, beim Quarzit erreicht. Bei den anderen drei Gesteinen liegen die Umhüllungsgrade auf einem vergleichbaren Niveau.



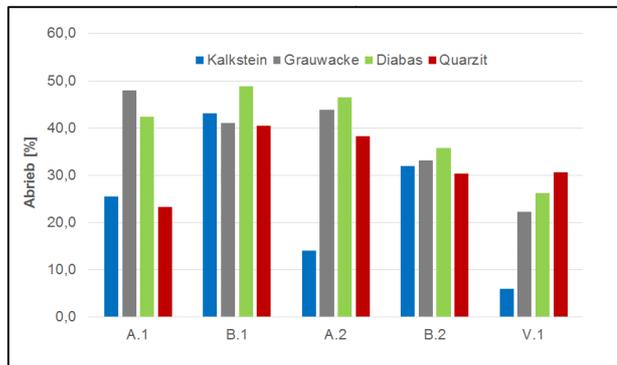
**Bild 5-13:** Umhüllungsgrade nach 24 h



**Bild 5-14:** Umhüllungsgrade nach 48 h

#### 5.3.2 Ergebnisse der Schüttelabriebversuche

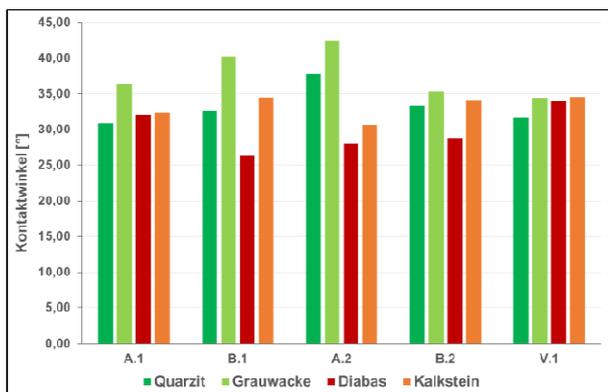
Die Ergebnisse der Schüttelabriebversuche sind Bild 5-15 zu entnehmen.



**Bild 5-15:** Ergebnisse des Schüttelabriebversuchs

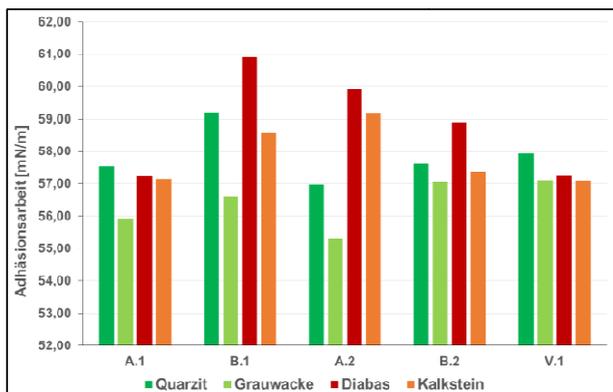
#### 5.3.3 Ergebnisse der Tropfenkonturanalyse

In Bild 5-16 sind die Kontaktwinkel der verwendeten Bitumen auf den ausgewählten Gesteinen dargestellt. Die Kontaktwinkel variieren zwischen 26,3 ° und 42,3°, wobei der niedrigste Wert für Diabas und der größte Kontaktwinkel für Grauwacke gemessen wurde. Generell bildeten sich unabhängig vom Bitumen auf Grauwacke die größten Kontaktwinkel aus, was auf ein vergleichsweise schlechtes Haftverhalten schließen lässt. Beim Bindemittel V.1 war, im Unterschied zu den anderen Bindemitteln, dieser im Verhältnis zu den Kontaktwinkeln auf den anderen Gesteinsoberflächen jedoch nicht signifikant größer. Bei den Bindemitteln B.1, A.2 und B.2 wurde der kleinste Kontaktwinkel deutlich für Diabas ermittelt, bei V.1 und A.1 sind die Unterschiede für die Gesteinsoberflächen nicht so deutlich ausgeprägt.



**Bild 5-16:** Kontaktwinkel der Bitumen auf den ausgewählten Gesteinen

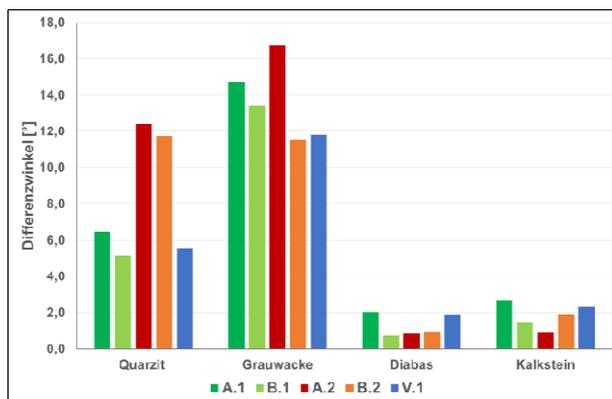
Das Bild 5-17 zeigt die berechnete Adhäsionsarbeit. Es wurden Werte zwischen 55,3 mN/m und 60,9 mN/m berechnet. Für alle Bindemittel, abgesehen von V.1, wurde eine Abhängigkeit von der Gesteinsoberfläche deutlich. Dabei war die Adhäsionsenergie auf der Grauwackeoberfläche bei A.1, B.1, A.2 und B.2 am geringsten. Die größte Adhäsionsenergie wurde vom Bindemittel B.1 auf der Diabasoberfläche erreicht.



**Bild 5-17:** Adhäsionsarbeit der Bindemittel auf den unterschiedlichen Gesteinsoberflächen

Im Bild 5-18 sind die Differenzwinkel nach 2 h Wasserlagerung enthalten.

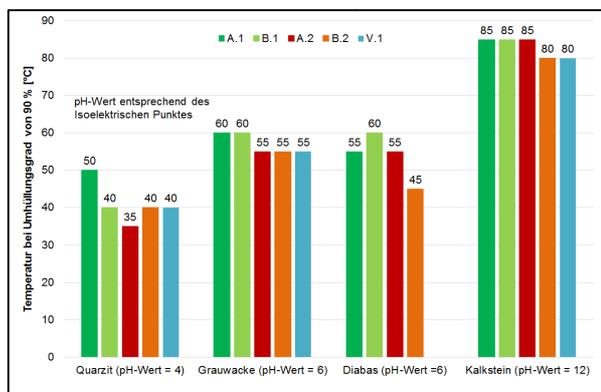
Auf den Oberflächen von Quarzit und Grauwacke bilden sich vergleichsweise große Differenzwinkel aus. Diese sind abhängig vom verwendeten Bindemittel. Das Bindemittel A.2 weist dabei bei beiden Gesteinen den höchsten Wert auf. Differenzwinkel zwischen 10° und 20° sind nach Korn [KORN, 2004] dabei einem schlechten Adhäsionsvermögen zuzuordnen. In diesem Bereich liegen alle Werte für Grauwacke. Gutes Adhäsionsvermögen (1° bis 3°) wird von allen Bindemitteln auf Diabas und Kalkstein erzielt. Die Werte für A.1, B.1 und V.1 auf Quarzit liegen einem als „mäßiges Adhäsionsvermögen“ (3° bis 10°) bezeichneten Bereich.



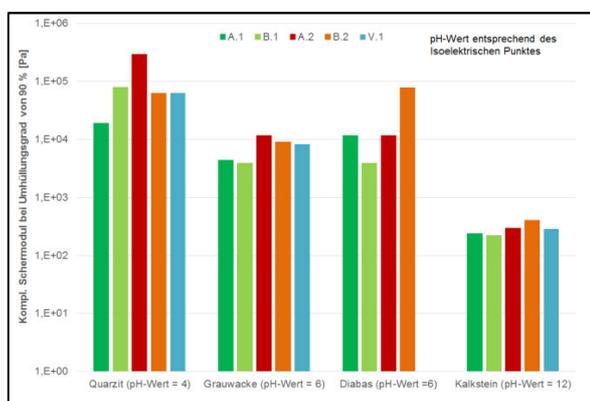
**Bild 5-18:** Differenzwinkel nach 2 h Wasserlagerung

### 5.3.4 Ergebnisse der Bestimmung der Haftgrenztemperatur

Die Haftgrenztemperatur der Prüfung der verschiedenen Gesteine bei pH-Werten entsprechend ihres Isoelektrischen Punktes sind vergleichend in Bild 5-19 dargestellt. Die komplexen Schermoduln der Bitumen bei der Haftgrenztemperatur sind in Bild 5-20 zu sehen. Bei der Variante Diabas mit V.1 wurde ein unplausibles Prüfergebnis erzielt, so dass dieses aus der Gesamtbetrachtung herausgenommen wurde.

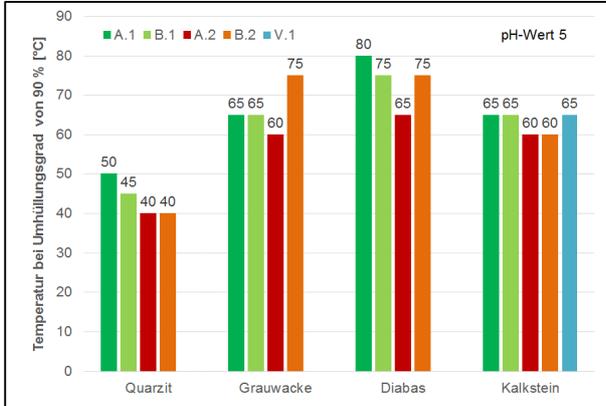


**Bild 5-19:** Haftgrenztemperatur (Umhüllungsgrad = 90 %) bei pH-Werten entsprechend dem Isoelektrischen Punkt

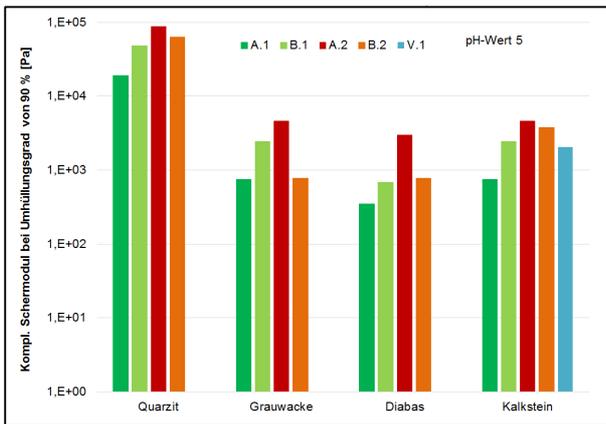


**Bild 5-20:** Komplexe Schermoduln  $G^*$  bei der Haftgrenztemperatur (Umhüllungsgrad = 90 %) bei pH-Werten entsprechend dem Isoelektrischen Punkt

Weiterhin wurden die Haftgrenztemperaturen (Bild 5-21) und die entsprechenden Schermoduln (Bild 5-22) der Bitumen bei einem konstanten pH-Wert von 5 bestimmt.



**Bild 5-21:** Haftgrenztemperatur (Umhüllungsgrad = 90 %) bei einem pH-Wert von 5



**Bild 5-22:** Der zugehörige komplexe Schermodul  $G^*$  bei Haftgrenztemperatur (Umhüllungsgrad = 90 %) bei einem pH-Wert von 5

Zur genaueren Bestimmung des Einflusses des pH-Wert-abhängigen Zeta-Potentials wurden die Bitumenablösungen bei der Grauwacke und dem Diabas bei verschiedenen pH-Werten untersucht. Die Ergebnisse sind in Tab. 5- (pH-Wert = 4) und Tab. 5- (pH-Wert = 2) zusammengefasst.

T [°C]	Diabas		Grauwacke	
	+ A.2	+ B.2	+ A.2	+ B.2
70	100	100	100	100
80	90	80	70	90

**Tab. 5-18:** Umhüllungsgrad in Abhängigkeit von der Wassertemperatur bei einem pH-Wert von 4 beim Diabas und bei der Grauwacke

T [°C]	Diabas		Grauwacke	
	+ A.2	+ B.2	+ A.2	+ B.2
40	100	100	100	100
45	100	100	100	100
50	100	100	100	100
65	100	100	100	100
70	100	100	100	100
80	90	90	90	90
85	70	65	70	65

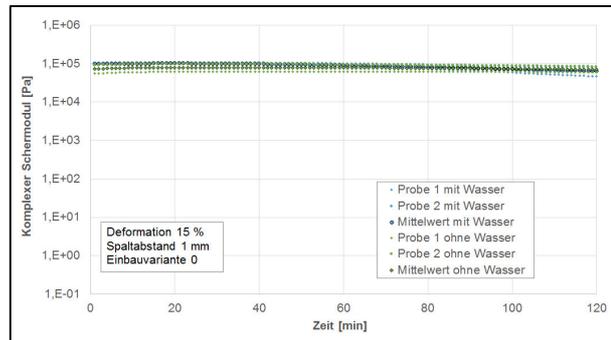
**Tab. 5-19:** Umhüllungsgrad in Abhängigkeit von der Wassertemperatur bei einem pH-Wert von 2 beim Diabas und bei der Grauwacke

### 5.3.5 Ergebnisse des neu entwickelten Prüfverfahrens

Der Vorversuch 1 wurde mit den folgenden Randbedingungen durchgeführt, die Ergebnisse sind Bild 5-23 zu entnehmen.

#### Vorversuch 1

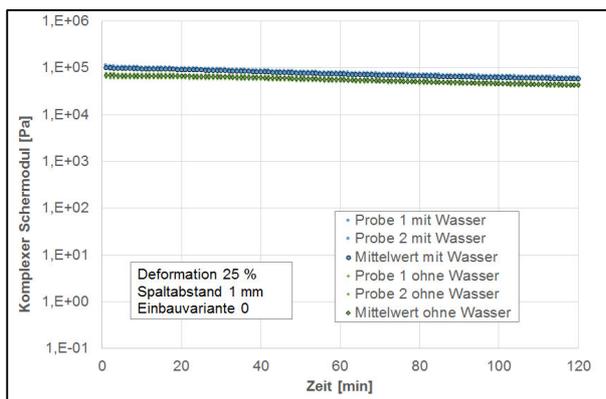
- Deformation 15 %
- Spaltabstand 1 mm
- Einbauvariante 0:
  - 1) Auf 60 °C heizen
  - 2) Probe mithilfe der Zentriervorrichtung auf unterer Platte positionieren
  - 3) Anfahren der Messposition (Spaltabstand 1 mm)
  - 4) 2 Minuten warten für den Verbund
  - 5) Bei den Versuchen mit Wasser, wurde das Wasser bei der Prüftemperatur von 20 °C zugegeben.



**Bild 5-23:** Vorversuch 1 – Deformation 15 %, Spaltabstand 1 mm, Einbauvariante 0

Die Randbedingungen von **Vorversuch 2** (Bild 5-24) waren folgende:

- Deformation 25 %
- Spaltabstand 1 mm
- Einbauvariante 0

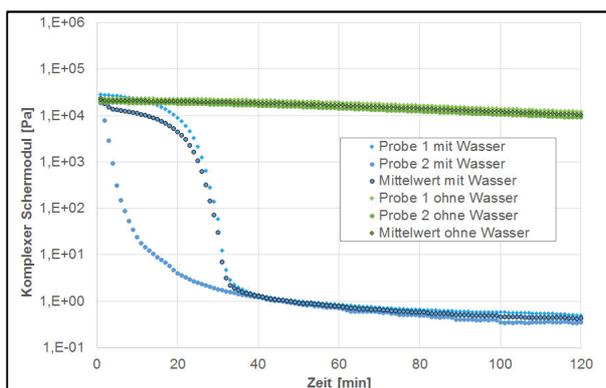


**Bild 5-24:** Vorversuch 2 – Deformation 25 %, Spaltabstand 1 mm, Einbauvariante 0

Die Randbedingungen von **Vorversuch 3** waren folgende:

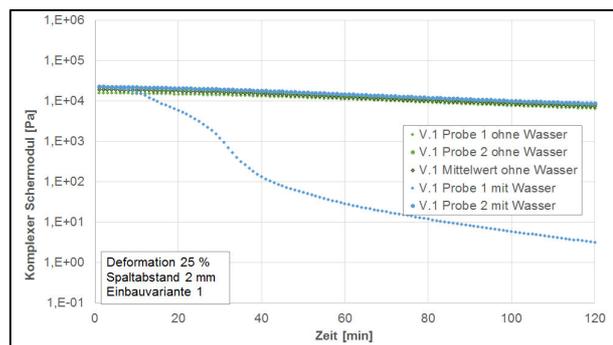
- Deformation 25 %
- Spaltabstand 2 mm
- Einbauvariante 1
  - 1) Auf 60 °C heizen
  - 2) Probe mithilfe der Zentriervorrichtung auf unterer Platte positionieren
  - 6) Anfahren der Messposition (Spaltabstand 2 mm)
  - 3) 1 Minute warten für den Verbund
  - 4) Bei den Versuchen mit Wasser, wurde das Wasser bei der Einbautemperatur von 60 °C zugegeben, anschließend wurde auf die Prüftemperatur von 20 °C runtergekühlt.

Die Ergebnisse des Vorversuchs 3 sind in Bild 5-25 zu sehen. Diese entsprechen zugleich den Hauptversuchen mit dem Bitumen A.2.



**Bild 5-25:** Vorversuch 3 bzw. Versuch mit A.2 – Deformation 25 %, Spaltabstand 2 mm, Einbauvariante 1

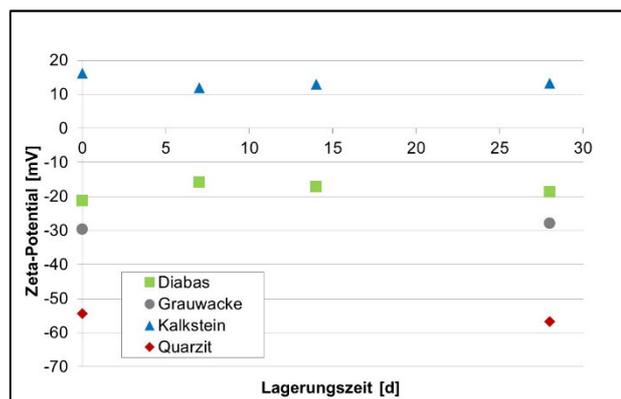
Die Ergebnisse der Versuche mit V.1 sind in Bild 5-26 dargestellt. Die Versuche wurden mit den Randbedingungen von Vorversuch 3 durchgeführt.



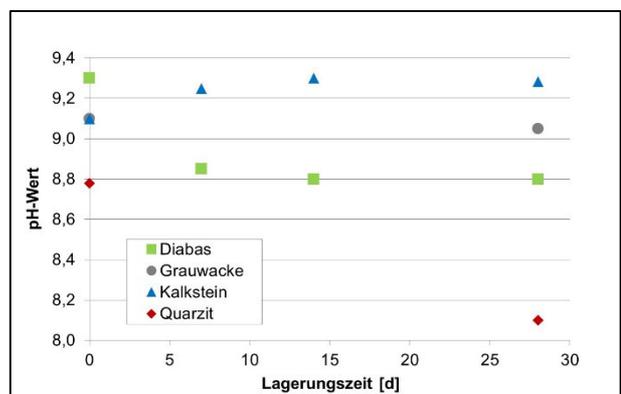
**Bild 5-26:** Versuch mit V.1– Deformation 25 %, Spaltabstand 2 mm, Einbauvariante 1

## 5.4 Einfluss der Lagerungszeit der Gesteine auf das Zeta-Potential bzw. die Ladungsmenge und das Haftverhalten

Die Zeta-Potentiale der verschiedenen Gesteine in Abhängigkeit von der Lagerungszeit sind in Bild 5-27 dargestellt und die zugehörigen pH-Werte in Bild 5-28.



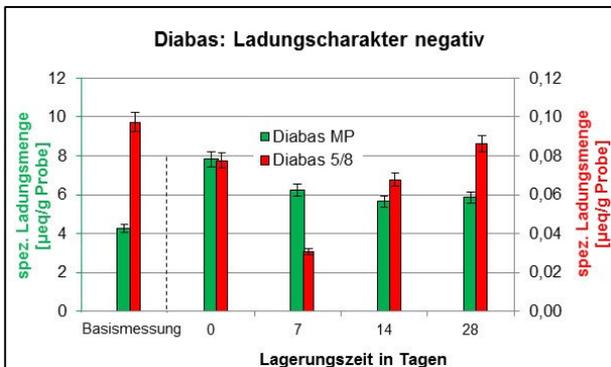
**Bild 5-27:** Zeta-Potential Messwerte (Mahlproben) in Abhängigkeit von der Lagerungsdauer



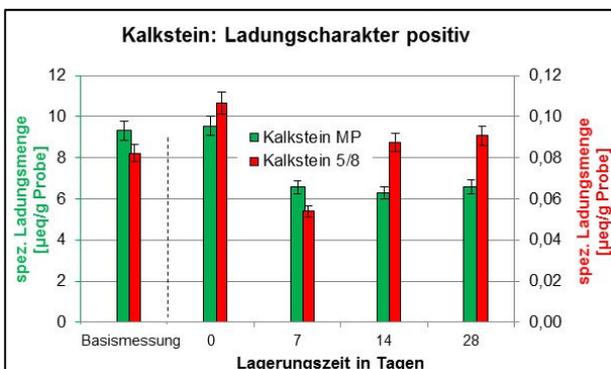
**Bild 5-28:** pH-Werte der Probensuspensionen (Mahlproben) in Abhängigkeit von der Lagerungsdauer

Die Ergebnisse der PCD-Messungen der Mahlproben (MP) und der Kornklasse 5/8 mm der vier Gesteine sind in Bild 5-29 bis Bild 5-32 zu sehen. Mit

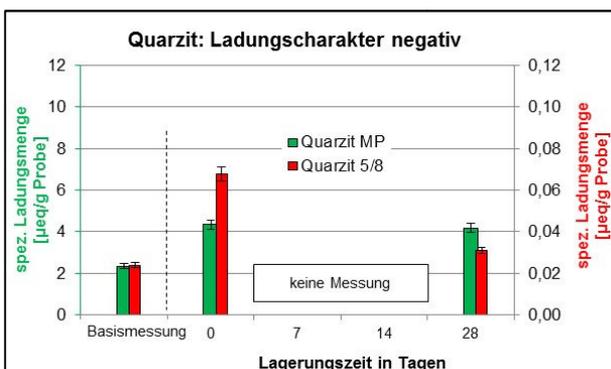
der Basismessung sind die Ergebnisse der ersten Untersuchung (s. Kap. 5.2.5) aufgeführt.



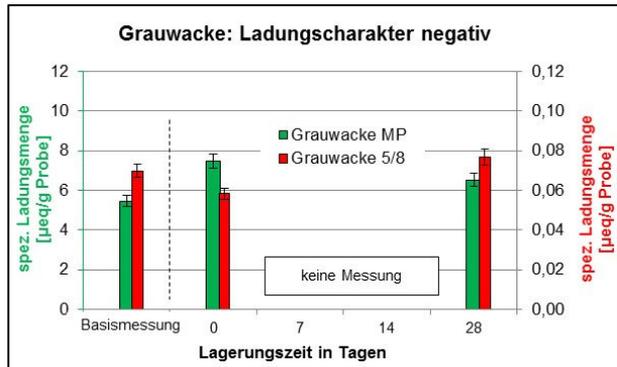
**Bild 5-29:** Spezifische Ladungsmenge in Abhängigkeit von der Lagerungszeit beim Diabas (Mahlprobe MP und 5/8 mm)



**Bild 5-30:** Spezifische Ladungsmenge in Abhängigkeit von der Lagerungszeit beim Kalkstein (Mahlprobe MP und 5/8 mm)



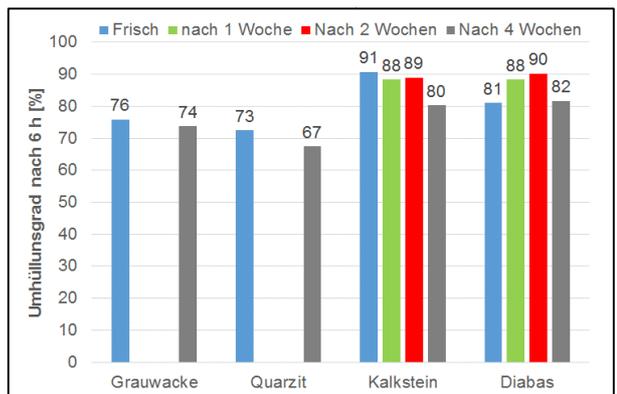
**Bild 5-31:** Spezifische Ladungsmenge in Abhängigkeit von der Lagerungszeit beim Quarzit (Mahlprobe MP und 5/8 mm)



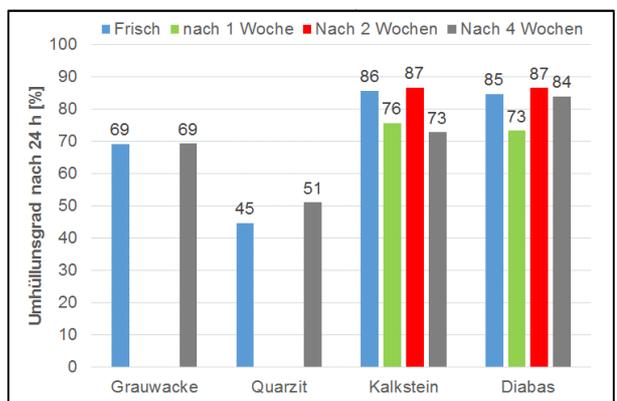
**Bild 5-32:** Spezifische Ladungsmenge in Abhängigkeit von der Lagerungszeit bei der Grauwacke (Mahlprobe MP und 5/8 mm)

Die Umhüllungsgrade nach 6 h, 24 h und 48 h sind in Bild 5-33 bis Bild 5-35 für die verschiedenen Gesteine mit dem Bitumen V.1 vergleichend gegenübergestellt.

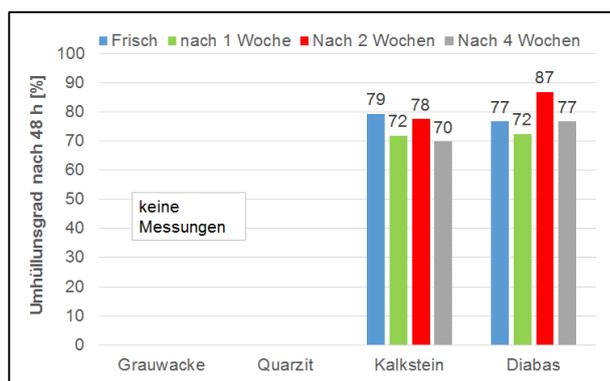
Die Ergebnisse der Untersuchungen zur Ablösung des Bitumens sind in Tab. 5-20 bis Tab. 5-22 zusammengefasst.



**Bild 5-33:** Einfluss der Lagerungszeit auf den Umhüllungsgrad nach 6 h



**Bild 5-34:** Einfluss der Lagerungszeit auf den Umhüllungsgrad nach 24 h



**Bild 5-35:** Einfluss der Lagerungszeit auf den Umhüllungsgrad nach 48 h

T [°C]	Kalkstein							
	Frisch		Nach 1 Woche		Nach 2 Wochen		Nach 4 Wochen	
	V.1	A.2	V.1	A.2	V.1	A.2	V.1	A.2
60	100	100	100	100	100	100	100	100
65	80	80	90	80	85	80	90	80
70	60	60	80	60	80	70	80	70
pH-Wert	5		6		6		6	

**Tab. 5-20:** Ergebnisse der Versuche zur Haftgrenztemperatur mit Kalkstein

T [°C]	Diabas							
	Frisch		Nach 1 Woche		Nach 2 Wochen		Nach 4 Wochen	
	V.1	A.2	V.1	A.2	V.1	A.2	V.1	A.2
25	100	100	100	100	100	100	100	100
30	70	70	100	100	100	100	100	100
35	50	50	100	100	100	100	100	100
pH-Wert	5		5		5		5	

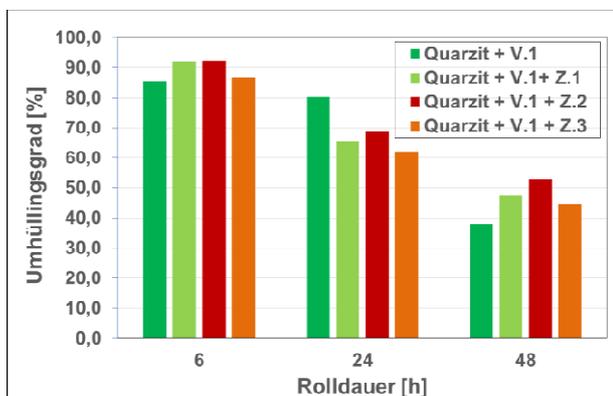
**Tab. 5-21:** Ergebnisse der Versuche zur Haftgrenztemperatur mit Diabas

T [°C]	Grauwacke				Quarzit			
	Frisch		Nach 4 Wochen		Frisch		Nach 4 Wochen	
	V.1	A.2	V.1	A.2	V.1	A.2	V.1	A.2
25	100	100	100	100	100	100	100	100
30	100	90	100	100	70	80	100	100
35	90	85	100	100	50	60	100	100
pH-Wert	5		5		5		5	

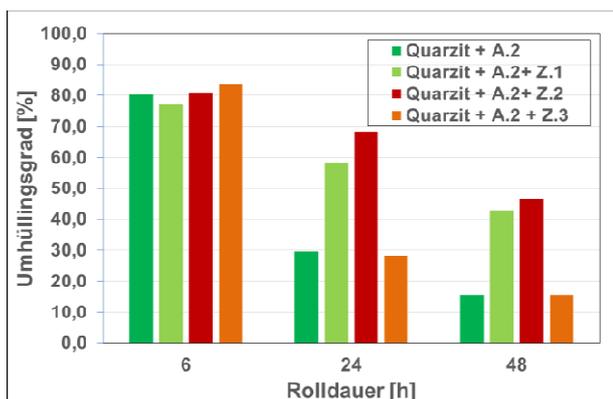
**Tab. 5-22:** Ergebnisse der Versuche zur Haftgrenztemperatur mit Grauwacke und Quarzit

## 5.5 Einfluss von Haftverbesserern auf das Haftverhalten

Die Ergebnisse der Rolling-Bottle-Tests für die verwendeten Additive, Gesteine und Bindemittel sind in Bild 5-36 bis Bild 5-39 dargestellt.



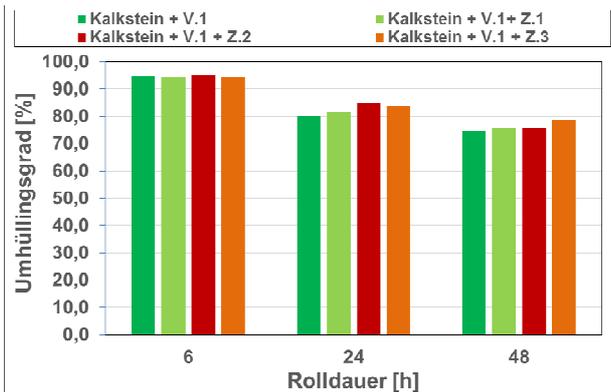
**Bild 5-36:** Einfluss der haftverbessernden Zusätze auf den Umhüllungsgrad beim Quarzit mit V.1



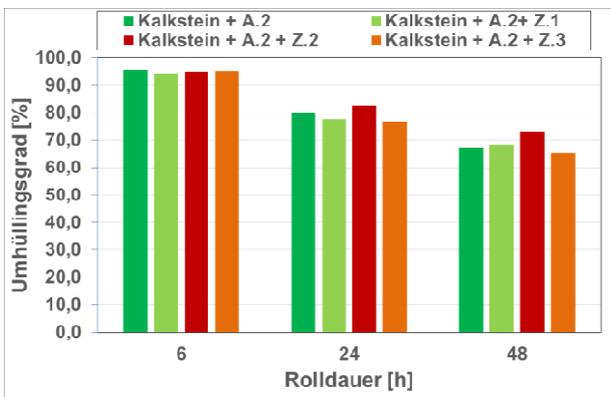
**Bild 5-37:** Einfluss der haftverbessernden Zusätze auf den Umhüllungsgrad beim Quarzit mit A.2

Nach 6 h Rolldauer war beim Quarzit kein Einfluss der Additive zu erkennen. Erst nach 24 h war eine Erhöhung des Umhüllungsgrades durch Z.1 und Z.2 zu erkennen, allerdings nur für das Bindemittel A.2. Das Additiv Z.3. hatte dort keinen Einfluss auf den Umhüllungsgrad. Diese Erkenntnisse für A.2 wurden von den Werten für den Umhüllungsgrad nach 48 h bestätigt, dort wurde sich auch beim V.1 die haftverbessernde Wirkung der Additive Z.1. und Z.2 deutlich. Bei dem Bindemittel V.1 wurde auch durch Z.3 ein größerer Umhüllungsgrad erreicht. Mit dem Additiv Z.2 wurden höhere Umhüllungsgrade erzielt als mit Z.1.

Beim Kalkstein konnte bei insgesamt höheren Umhüllungsgraden als beim Quarzit für beide Bindemittel kein Einfluss der haftverbessernden Zusätze (s. Bild 5-38 und Bild 5-39) festgestellt werden.



**Bild 5-38:** Einfluss der haftverbessernden Zusätze auf den Umhüllungsgrad beim Kalkstein mit V.1

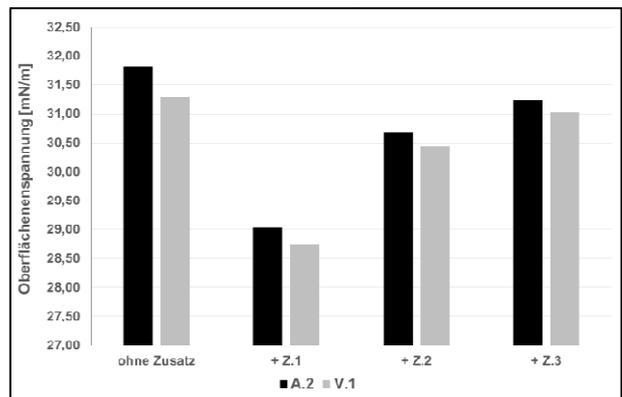


**Bild 5-39:** Einfluss der haftverbessernden Zusätze auf den Umhüllungsgrad beim Kalkstein mit A.2

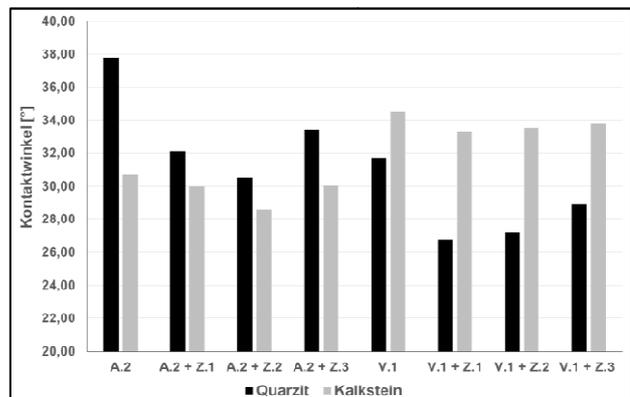
Mit der Methode des „hängenden Tropfens“ wurde die Oberflächenspannungen der Bindemittel plus Additive gemessen. Die Ergebnisse sind im Vergleich zu der Oberflächenspannung ohne Zusatz in Bild 5-40 dargestellt.

Deutlich zu erkennen ist die Reduzierung der Oberflächenspannung durch die Additive. Diese ist bei dem Haftverbesserer Z.1 am stärksten ausgeprägt, bei Z.3 am wenigsten. Die Ausbildung der Kontaktwinkel von den Bindemittel A.2 und V.1 mit und ohne haftverbessernde Zusätze auf den Gesteinsoberflächen Quarzit und Kalkstein zeigt Bild 5-41.

Die Kontaktwinkel wurden auf beiden Oberflächen und von allen drei haftverbessernden Zusätzen verringert, was mit einem besseren Haftverhalten gleichzusetzen ist. Dabei ist der Einfluss der haftverbessernden Zusätze beim Bindemittel V.1 und auf Kalkstein wiederum am geringsten ausgeprägt und grundsätzlich geringer als bei der Quarzitoberfläche. Dies unterstrich die bisher vorliegende Erkenntnis, dass haftverbessernde Additive auf den Quarzoberflächen besonders wirksam sind.



**Bild 5-40:** Oberflächenspannungen der beiden Bindemittel mit haftverbessernden Zusätzen



**Bild 5-41:** Kontaktwinkel der Bitumen A.2 und V.1 mit haftverbessernden Zusätzen

## 6 Bewertung der Versuchsergebnisse

### 6.1 Bewertung der Ergebnisse der Rolling-Bottle-Tests

Aufgrund der geringen Unterschiede werden die Umhüllungsgrade nach 6 h bei der Bewertung der Ergebnisse nicht weiter berücksichtigt.

Zur Auswahl möglicher Variablen für eine Multiple-Lineare-Regression wurden im ersten Schritt die einzelnen Bitumen- und Gesteinseigenschaften in einer einfachen linearen Regression mit dem Umhüllungsgrad nach 24 h und 48 h korreliert. Die Bestimmtheitsmaße dieser Korrelationen sind in Tab. 6-1 und Tab. 6-2 aufgeführt. Die Variablen mit dem vergleichsweise höchsten Bestimmtheitsmaß (grau hinterlegt) wurden für eine Multiple-Lineare-Regression (MLR) herangezogen. Nach 24 h und 48 h weisen in beiden Fällen die Anteile Ca und Mg der löslichen Salze sowie der Quarzgehalt und das Zeta-Potential der Gesteine die höchsten Bestimmtheitsmaße auf, wobei das Bestimmtheitsmaß nach 48 h deutlich höher ist als nach 24 h.

Für die Korrelation verwendeter Parameter	R <sup>2</sup> bei Umhüllungsgrad nach 24 h	R <sup>2</sup> bei Umhüllungsgrad nach 48 h
G* bei 20 °C	0,0182	0,0039
Anteil an Aliphaten	0,0813	0,0118
Anteil an Aromaten	0,0073	0,000003
Anteil an Polaren Verbindungen	0,0048	0,0043
Anteil an Asphaltene	0,0087	0,0036
Anteil an Ni	0,1408	0,0144
Anteil an V	0,0868	0,0109
Anteil an Al	0,0624	0,0009
Anteil an Ca	0,0284	0,0179
Anteil an Fe	0,0136	0,0029
Anteil an Mg	0,0200	0,0167
Anteil an Zn	0,1498	0,0240

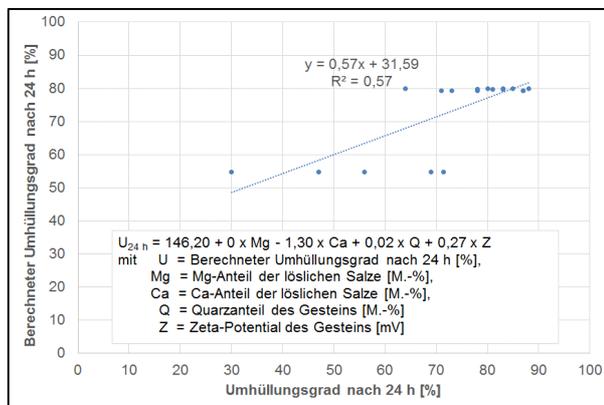
**Tab. 6-1:** Bestimmtheitsmaß R<sup>2</sup> der Korrelation der Bitumeneigenschaften mit dem Umhüllungsgrad nach 24 h und 48 h

Für die Korrelation verwendeter Parameter	R <sup>2</sup> bei Umhüllungsgrad nach 24 h	R <sup>2</sup> bei Umhüllungsgrad nach 48 h	
Porosität	0,0002	0,00002	
Lösliche Salze	Ca	0,4978	0,6842
	K	0,0355	0,0582
	Mg	0,4826	0,6521
	Na	0,0142	0,0077
	Cl	0,1129	0,1969
	SO <sub>4</sub>	0,3110	0,3902
Quarzgehalt	0,4205	0,6158	
Anteil an SiO <sub>2</sub>	0,2303	0,3786	
Anteil an Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,0686	0,0607	
Anteil an Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,0740	0,0672	
Anteil an CaO	0,0889	0,1745	
Zeta-Potential	0,4696	0,7237	
Spez. Ladungsmenge 5/8 mm	0,0999	0,0040	

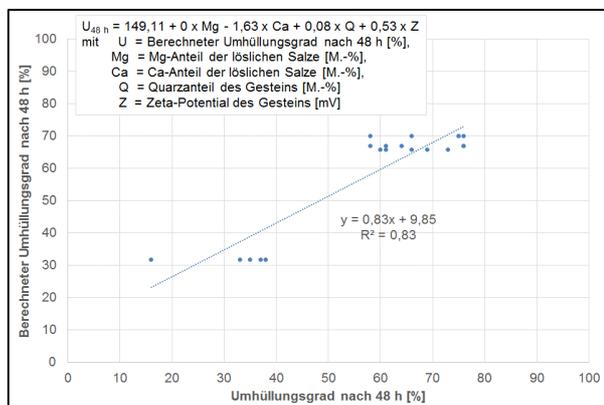
**Tab. 6-2:** Bestimmtheitsmaß R<sup>2</sup> der Korrelation der Gesteinseigenschaften mit dem Umhüllungsgrad nach 24 h und 48 h

Die Multiple-Lineare Regression zeigt, dass der Umhüllungsgrad nach 24 h mit einem Bestimmtheitsmaß von 0,57 und nach 48 h mit 0,83, wie in Bild 6-1 und Bild 6-2 zu sehen, berechnet werden kann. Maßgeblichen Einfluss auf die Umhüllungsgrade haben die Gesteinseigenschaften. Bei den Formeln ist jedoch auffällig, dass mit zunehmendem Quarzanteil der Umhüllungsgrad steigt, durch den Vorfaktor von 0,02 entspricht dies jedoch bei einem maximalen Quarzanteil von 87 M-% lediglich einer Erhöhung des Umhüllungsgrades

von 1,7 %. Maßgeblich wird das Ergebnis durch den Ca-Anteil der löslichen Salze beeinflusst.



**Bild 6-1:** Formel und Bestimmtheitsmaß zur Berechnung des Umhüllungsgrades nach 24 h



**Bild 6-2:** Formel und Bestimmtheitsmaß zur Berechnung des Umhüllungsgrades nach 48 h

Die Ergebnisse zeigen weiterhin, dass das Zeta-Potential im Zusammenhang mit den Ergebnissen des Rolling-Bottle-Tests steht. Mit zunehmender Rollzeit ist eine bessere Differenzierung der Varianten und damit Quantifizierung der Einflussfaktoren möglich. Eine Rollzeit von 48 h ist bei weiteren Untersuchungen zu empfehlen. Eine längere Rollzeit ist aus prüftechnischer Sicht nicht wirtschaftlich und wie bereits in Kapitel 4.4.1 beschrieben, ist bei einer längeren Rollzeit weniger das Adhäsionsverhalten maßgebend sondern die Kantenfestigkeit des Gesteins.

## 6.2 Bewertung der Schüttelabriebsversuche

Bei den Ergebnissen der Schüttelabriebsversuche wurde ebenfalls der Zusammenhang der Ergebnisse mit den Bitumen- und Gesteinseigenschaften analysiert. Die jeweiligen Bestimmtheitsmaße sind jedoch so gering, dass ihnen keine Bedeutung zugemessen werden kann.

Diese Ergebnisse zeigen somit, dass mit der Schüttelabriebsprüfung mit den hier verwendeten

Randbedingungen keine maßgeblichen Einflussfaktoren auf das Haftverhalten quantifiziert werden können.

### 6.3 Bewertung der Tropfenkonturanalyse

Tab. 6-3 enthält die Ergebnisse der linearen Regression der Gesteinseigenschaften mit dem Kontaktwinkel von Bitumen auf Gestein nach der Methode des „liegenden Tropfens“. Mit den Bitumeneigenschaften konnten keine Zusammenhänge festgestellt werden.

Parameter	Bestimmtheitsmaß R <sup>2</sup>	
Porosität	0,5169	
Lösliche Salze	Ca	0,0033
	K	0,3299
	Mg	0,0001
	Na	0,0464
	Cl	0,1018
	SO <sub>4</sub>	0,0001
Quarzgehalt	0,0927	
Anteil an SiO <sub>2</sub>	0,0519	
Anteil an Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,0257	
Anteil an Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,1632	
Anteil an CaO	0,0055	
Zeta-Potential	0,0015	
Spez. Ladungsmenge Mahlprobe	0,0197	

Tab. 6-3: Bestimmtheitsmaße R<sup>2</sup> der Korrelation der Gesteinseigenschaften mit den Ergebnissen der Tropfenkonturanalyse

Anhand der Ergebnisse der Korrelationen wird deutlich, dass weder Einflüsse aus den Gesteinseigenschaften noch aus den Bitumeneigenschaften auf die Tropfenkonturanalyse als maßgeblich quantifiziert werden können.

Dennoch kann grundsätzlich anhand der Tropfenkonturanalyse eine Aussage über das Haftverhalten zwischen Bindemittel und Gestein getroffen werden, da unterschiedliches Adhäsionsvermögen sowohl bei Verwendung verschiedener Bindemittel bei gleichem Gestein als auch bei Verwendung des gleichen Bindemittels auf unterschiedlichen Gesteinen mithilfe der gemessenen Kontaktwinkel quantifizierbar ist

Auch die Wirkung des Wassers auf das Haftverhalten kann messtechnisch erfasst werden und erlaubt nach Messung des Kontaktwinkels vor und nach Wasserlagerung eine Differenzierung zwischen den unterschiedlichen Materialien hinsichtlich der Adhäsion.

Bei den durchgeführten Versuchen zeigte sich, dass die Rauigkeit und die Mikrotextur einen Einfluss auf die Messung haben und die Tropfenbildung sowie die Gesteinsoberfläche beobachtet bzw. untersucht werden müssen.

So ergaben sich beispielsweise niedrige Adhäsionsarbeiten und hohe Differenzwinkel für die Grauwacke, was auf ein schlechtes Haftverhalten schließen lässt, aber nicht in diesem Maße in den Rolling-Bottle-Tests zu erkennen war.

### 6.4 Bewertung der Ergebnisse zur Bestimmung der Haftgrenztemperatur

#### 6.4.1 Versuche bei pH-Werten entsprechend des Isoelektrischen Punktes

Die Ergebnisse der einfachen linearen Regression der Gesteinseigenschaften mit der Haftgrenztemperatur sind in Tab. 6-4 aufgeführt.

Für die Korrelation verwendeter Parameter		Bestimmtheitsmaß R <sup>2</sup>
Porosität		0,0706
Lösliche Salze	Ca	0,1848
	K	0,3306
	Mg	0,1916
	Na	0,2007
	Cl	0,6078
	SO <sub>4</sub>	0,0172
Quarzgehalt		0,5952
Anteil an SiO <sub>2</sub>		0,7236
Anteil an Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>		0,0574
Anteil an Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>		0,0105
Anteil an CaO		0,6096
Spez. Ladungsmenge 5/8 mm		0,2887

Tab. 6-4: Bestimmtheitsmaße R<sup>2</sup> der Korrelation der Gesteinseigenschaften mit den Ergebnissen der Haftgrenztemperatur bei pH-Werten entsprechend dem Isoelektrischen Punkt

Die Haftgrenztemperatur lässt sich mit den in Tab. 6-4 grau hinterlegten Werten wie folgt berechnen:

$$\text{HGT} = 29,15 + 1,35 \times \text{Cl} - 0,33 \times \text{Q} + 0,41 \times \text{CaO} \quad (\text{R}^2 = 0,77)$$

Mit: HGT = Haftgrenztemperatur [°C]  
 Cl = Cl-Anteil der löslichen Salze [mg/kg TS]  
 Q = Quarzanteil des Gesteins [M.-%]  
 CaO = CaO-Anteil des Gesteins [M.-%]

Der SiO<sub>2</sub>-Anteil des Gesteins spielt bei der Berechnung nach der MLR keine weitere Rolle.

Wird bei der MLR zusätzlich der komplexe Schermodul berücksichtigt, mit dem bei der linearen Regression ein Bestimmtheitsmaß vom 0,35 erreicht wurde, kann das Bestimmtheitsmaß auf 0,8 erhöht werden. Die Haftgrenztemperatur berechnet sich dann folgendermaßen:

$$\text{HGT} = 45,94 - 5,94 \times 10^{-5} \times G^* + 0,68 \times \text{Cl} - 0,22 \times \text{Q} + 0,31 \times \text{CaO} \quad (\text{R}^2 = 0,80)$$

Mit: HGT = Haftgrenztemperatur [°C]  
 G\* = Komplexer Schermodul bei der HGT [Pa]  
 Cl = Cl-Anteil der löslichen Salze [mg/kg TS]  
 Q = Quarzanteil des Gesteins [M.-%]  
 CaO = CaO-Anteil des Gesteins [M.-%]

#### 6.4.2 Alle Versuche bei einem pH-Wert = 5

Auffällig ist bei diesen Versuchen, dass bei den Varianten mit V.1 abgesehen vom Kalkstein unplausible Prüfergebnisse ermittelt wurden, da bereits bei 30 °C Bitumenablösungen festgestellt wurden. Beim Kalkstein ist zwischen V.1 und den anderen Bitumen kein Unterschied festzustellen. Dies kann ggf. auf die mangelnde Reproduzierbarkeit des Prüfverfahrens zurückgeführt werden, denn die Versuche mit V.1 und Grauwacke, Diabas und Quarzit wurden separat von den anderen Bitumen durchgeführt, da V.1 später geliefert wurde. Beim Kalkstein wurden alle Bitumen-Gesteins-Kombinationen durch einen Prüfer am gleichen Tag hergestellt und in einem Wasserbad geprüft. Hier sind keine signifikanten Unterschiede zwischen den verschiedenen Bitumen festzustellen. Aus diesem Grund wurden die Ergebnisse von V.1 bei der Bewertung nicht weiter berücksichtigt. Die relevanten Ergebnisse der einfachen linearen Regression sind in Tab. 6-5 und Tab. 6-6 zusammengefasst.

Für die Korrelation verwendeter Parameter	Bestimmtheitsmaß R <sup>2</sup>
G* bei 20 °C	0,7242

**Tab. 6-5:** Bestimmtheitsmaße R<sup>2</sup> der Korrelation der relevanten Bitumeneigenschaften mit den Ergebnissen der Haftgrenztemperatur bei einem pH-Wert von 5

Für die Korrelation verwendeter Parameter		Bestimmtheitsmaß R <sup>2</sup>
Porosität		0,0158
Lösliche Salze	Ca	0,8038
	K	0,0376
	Mg	0,8507
	Na	0,1284
	Cl	0,0570
	SO <sub>4</sub>	0,7004
Quarzgehalt		0,5547
Anteil an SiO <sub>2</sub>		0,2995
Anteil an Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>		0,3672
Anteil an Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>		0,3992
Anteil an CaO		0,0089
Zeta-Potential		0,2106
Spez. Ladungsmenge 5/8 mm		0,0952

**Tab. 6-6:** Bestimmtheitsmaße R<sup>2</sup> der Korrelation der Gesteineigenschaften mit den Ergebnissen der Haftgrenztemperatur bei einem pH-Wert von 5

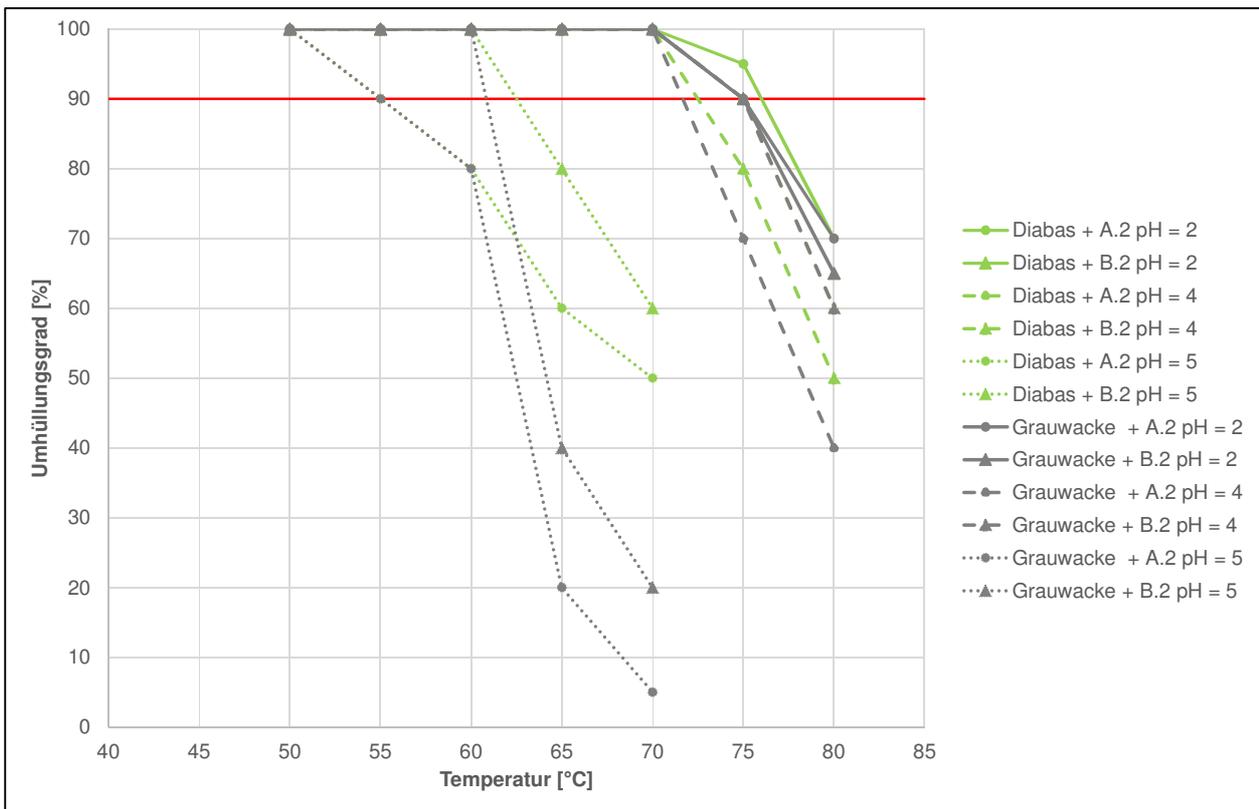
$$\text{HGT} = 11,49 - 1,78 \times 10^{-4} \times G^* + 0,75 \times \text{Ca} + 0 \times \text{Mg} + 0,81 \times \text{SO}_4 - 0,12 \times \text{Q} \quad (\text{R}^2 = 0,89)$$

Mit: HGT = Haftgrenztemperatur [°C]  
 G\* = Komplexer Schermodul bei der HGT [Pa]  
 Ca = Ca-Anteil der löslichen Salze [mg/kg TS]  
 Mg = Mg-Anteil der löslichen Salze [mg/kg TS]  
 SO<sub>4</sub> = SO<sub>4</sub>-Anteil der löslichen Salze [mg/kg TS]  
 Q = Quarzanteil des Gesteins [M.-%]

Der Mg-Anteil der löslichen Salze hat nach den Ergebnissen der MLR keinen weiteren Einfluss.

#### 6.4.3 Veränderung des pH-Wertes und damit des Zeta-Potentials

In Bild 6-3 sind die Entwicklungen der Umhüllungsgrade in Abhängigkeit von der Temperatur für Diabas und Grauwacke mit den Bitumen A.2 und B.2 bei verschiedenen pH-Werten dargestellt. Der pH-Wert wirkt sich, wie erwartet, auf die Haftgrenztemperatur aus. Mit abnehmendem pH-Wert sinkt bei diesen beiden Gesteinen das Zeta-Potential (Betrag). Je höher das Zeta-Potential (Betrag) ist, desto geringer ist die Haftgrenztemperatur.



**Bild 6-3:** Einfluss des pH-Wertes auf die Haftgrenztemperatur beim Diabas und bei der Grauwacke

## 6.5 Bewertung der Ergebnisse des neu entwickelten Prüfverfahrens

Mit den Randbedingungen des Vorversuchs 1 konnte kein Versagen unter dem Einfluss von Wasser provoziert werden (s. Bild 5-23). Aus diesem Grund wurde im zweiten Schritt die Deformation erhöht. Jedoch auch mit diesen geänderten Randbedingungen konnte kein Versagen erreicht werden (s. Bild 5-24). So wurde bei Vorversuch 3 zugleich der Spaltabstand auf 2 mm erhöht und das Wasser bereits bei 60 °C zugegeben. Mit den so veränderten Randbedingungen konnte das gewünschte Ergebnis – eine deutliche Verringerung des komplexen Schermoduls ( $G^*$ ) unter dem Einfluss von Wasser – erreicht werden (s. Bild 5-25).

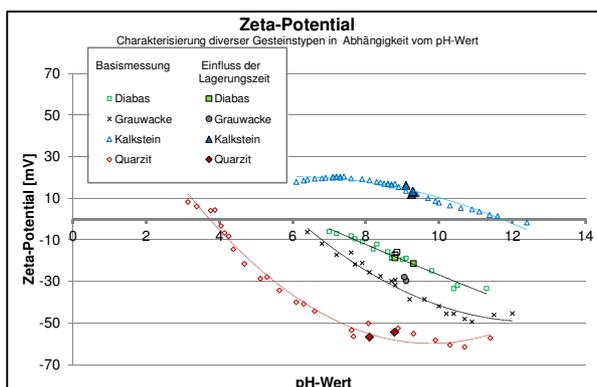
Der komplexe Schermodul ist bei den Versuchen mit den gewählten Randbedingungen des Vorversuches 3 deutlich geringer als bei den üblichen DSR-Versuchen nach [DIN EN 14770]. Bei diesen Versuchen beträgt der komplexe Schermodul bei 20 °C bei den Bitumen A.2 und V.1 3.376.000 Pa bzw. 3.144.000. Bei den Versuchen mit den Quarzglasplatten beträgt der komplexe Schermodul zu Beginn der Prüfung, sowohl für die Prüfungen ohne als auch mit Wasser, im Mittel hingegen nur ca. 22.000 Pa. Bei den Prüfungen

ohne Wassereinfluss konnte eine hohe Wiederholbarkeit der Ergebnisse (max. Abweichung 17 % vom Mittelwert) erreicht werden. Bei den Prüfungen mit Wasser wurden jedoch zum Teil sehr unterschiedliche Messergebnisse erzielt. So beginnt beim V.1 bei Probe 1 direkt zu Beginn der Prüfung die Abnahme des komplexen Schermoduls, wohingegen bei Probe 2 eine ähnliche Veränderung des komplexen Schermoduls wie bei den Proben ohne Wassereinfluss festgestellt wurde (s. Bild 5-26). Beim A.2 wurde bei beiden Proben unter Wassereinfluss eine deutliche Verringerung des komplexen Schermoduls festgestellt, jedoch weisen die beiden Kurven unterschiedliche Verläufe auf, so kommt es bei Probe 2 direkt zu Beginn der Prüfung zu einer deutlichen Verringerung von  $G^*$ . Eine Doppelbestimmung ist somit bei den Versuchen unter Wassereinfluss unzureichend, um eine abschließende Analyse der möglichen Einflussfaktoren auf die erzielten Ergebnisse vorzunehmen. Weiterhin muss ein Bewertungskriterium für die Versuche entwickelt werden, dies könnte z.B. die Differenz von  $G^*$  zu Beginn des Versuches und  $G^*$  nach 120 Minuten oder die Steigung der Tangente der Kurven sein. Für die Entwicklung eines Bewertungskriteriums sind jedoch weitere Versuche notwendig.

## 6.6 Bewertung der Ergebnisse zum Einfluss der Lagerungszeit der Gesteine auf das Zeta-Potential bzw. die Ladungsmenge und das Haftverhalten

### Zeta-Potential

Bei Betrachtung der Messwerte des Zeta-Potentials über die Lagerungszeit (Bild 5-27) sind unter den untersuchten Versuchsrahmenbedingungen keine signifikanten Veränderungen zum jeweiligen Ausgangswert detektierbar. Der pH-Wert der mit deionisiertem Wasser angesetzten Mahlproben zeigt zum Teil leichte Veränderungen (Bild 5-28). Die Ergebnisse aus den Titrationsmessungen werden von den Messwerten der gelagerten Proben nochmals bestätigt. Bild 6-4 zeigt die Messwerte der Versuche zur Bestimmung des Einflusses der Lagerungszeit der Gesteine im Vergleich zu den jeweiligen Titrationsmesskurven.



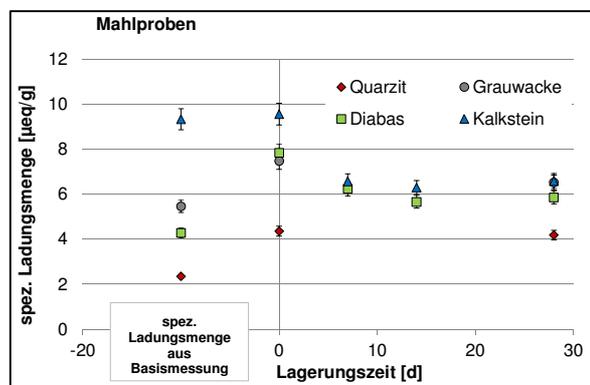
**Bild 6-4:** Zeta-Potential Messwerte der Versuche zum Einfluss der Lagerungszeit im Vergleich zu den Werten der Basismessungen in pH-Abhängigkeit

Falls sich durch die Lagerung unter den gewählten Versuchsbedingungen die Eigenschaften der Gesteine verändert haben sollten, ist die Zeta-Potential-Messung und/oder der Lagerungsversuch unter den gewählten Randparametern nicht in der Lage, eventuelle Unterschiede zu den verschiedenen Probenahmezeitpunkten signifikant aufzulösen.

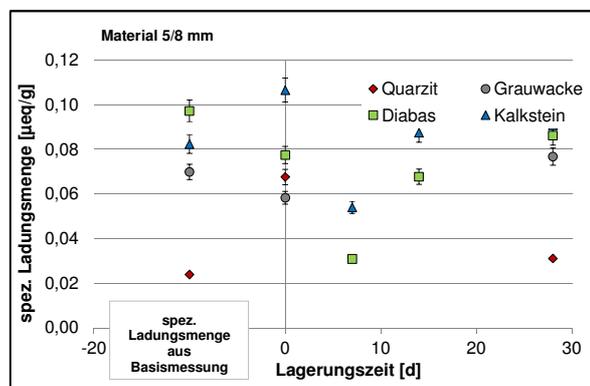
### PCD-Messungen

Der ermittelte Ladungscharakter der Proben aus der PCD-Basismessung bestätigt sich wieder in den Messergebnissen dieser Messreihe (siehe Bild 6-5 und Bild 6-6). Die absoluten Messwerte der Basismessungen finden sich jedoch in den Messwerten zum Zeitpunkt T0 nicht in dem Maße wieder wie bei den Zeta-Potential Untersuchungen. Die dargestellten Fehlerbalken von 5 % geben zwar tatsächlich die Standardabweichung zu den Mittelwerten der jeweiligen Messreihen an (Basismessung: Mittelwerte bzw. Standardabwei-

chung aus je 6 bis 10 Einzelmesswerten; Messungen Lagerungsversuch: Mittelwerte bzw. Standardabweichung aus je mind. 6 Einzelmesswerten), allerdings sind die absoluten Werte der gemessenen spezifischen Ladungsmengen – besonders bei den 5/8 mm-Material Proben – sehr niedrig. Vermutlich auch deshalb wurde bei diesen Messreihen eine erhöhte Anzahl an Fehlmessungen beobachtet. Daher stellt sich die Frage, ob die gemessenen Unterschiede tatsächlich signifikant sind. Weiterhin ist unklar, ob sich anhand der Messgröße „spezifische Ladungsmenge“, gemessen mittels PCD, verlässliche Aussagen zur Wechselwirkung mit Bitumen treffen lassen. Dazu wäre ein Vergleich mit PCD-Messungen an Bitumenproben eine wichtige Ergänzung. Da es kein etabliertes Messverfahren zur Bestimmung der spezifischen Ladungsmenge mittels PCD von Bitumen gibt, wurden in einem ersten Ansatz die gleichen Messbedingungen wie bei der Charakterisierung der Gesteine gewählt. Diese führten allerdings im Rahmen der Testreihe noch nicht zu verlässlichen Messergebnissen. Diese waren leider unter den gewählten Probenvorbereitungs- und Messbedingungen analog zu den Gesteinsproben nicht direkt umsetzbar.



**Bild 6-5:** PCD-Messung Mahlproben: Ladungscharakter Kalkstein; positiv; Ladungscharakter Quarzit, Diabas und Grauwacke: negativ



**Bild 6-6:** PCD-Messung 5/8 mm: Ladungscharakter Kalkstein; positiv; Ladungscharakter Quarzit, Diabas und Grauwacke: negativ

Da die Messmethode im Vergleich zur Zeta-Potential Messung den großen Vorteil besitzt, die Gesteine in praxisbezogener Originalkorngröße charakterisieren zu können, sollte die Methode für zukünftige Forschungen unter weiterer Variation der Rahmenparameter (z.B. alternative Titrationslösungen, Proben- bzw. Titrationslösungskonzentration etc.) dennoch weiter verfolgt und optimiert werden.

### **Rolling-Bottle-Test**

Die Veränderungen des Umhüllungsgrades liegen innerhalb der Genauigkeit des Verfahrens. Ein systematischer Einfluss der Lagerungszeit auf das Haftverhalten kann nicht festgestellt werden; so sinkt der Umhüllungsgrad nach 24 und 48 h beim Kalkstein und Diabas nach einer Woche Lagerungszeit der Gesteine, steigt nach zwei Wochen jedoch wieder an.

### **Versuche zur Bestimmung der Haftgrenztemperatur**

Bei den Versuchen mit Kalkstein ist während der vier Wochen Lagerungszeit keine Veränderung festzustellen. Bei allen Varianten treten die Ablösungen bei 65 °C auf. Die Ablösungen sind beim A.2 bei den verschiedenen Lagerungszeiten marginal geringer als bei V.1. Vermutlich liegen diese Unterschiede jedoch im Rahmen der Prüfstreuung des Verfahrens, die bisher nicht bekannt ist, so dass ihnen keine weitere Bedeutung beigemessen wird. Bei den Varianten mit Quarzit, Diabas und Grauwacke kommt es bei der frisch gebrochenen Gesteinskörnung zu ersten Ablösungen bei 30 °C, bei den Varianten mit längerer Lagerungszeit sind bei dieser Temperatur und auch bei 35 °C keine Ablösungen festzustellen. Eine weitere Erhöhung der Temperatur war leider nicht möglich, da zu diesem Zeitpunkt eine neue Versuchsreihe gestartet werden musste, um die Lagerungszeiten einzuhalten.

### **Fazit**

Bei den Zeta-Potential Messungen, den Ladungsmessungen und den Haftversuchen konnten unter den gewählten Randbedingungen keine signifikanten Veränderungen an den Gesteinsproben über den Versuchszeitraum festgestellt werden. Möglicherweise sind die Veränderungen am Gestein zu gering, um mit den gewählten Messmethoden aufgelöst werden zu können. Auch ist möglich, dass der gewählte Versuchszeitraum zu kurz und/oder die Lagerungsbedingungen zu gemäßigt waren, um messbare Veränderungen zu bewirken.

## **6.7 Bewertung der Ergebnisse zum Einfluss von Haftverbesserern auf das Haftverhalten**

Sowohl die Ergebnisse der Rolling-Bottle-Tests als auch die Kontaktwinkelmessungen zeigen einen Einfluss der haftverbessernden Zusätze. Dieser ist beim Quarzit deutlicher ausgeprägt als beim Kalkstein. Bei der Umhüllung vom Quarzit mit dem Bindemittel A.2 kann kein Einfluss vom viskositätsverändernden Zusatz Z.3 auf das Haftverhalten festgestellt werden. Beide Verfahren machen aber deutlich, dass durch die Zugabe von Additiven eine Verbesserung des Haftverhaltens erzielt werden kann, und sind somit zur Quantifizierung dieses Einflusses geeignet.

## **7 Zusammenfassung und Ausblick**

Ziel dieses Projektes war die genauere Untersuchung der Komponente Gestein und die Quantifizierung des Einflusses der verschiedenen Gesteinseigenschaften auf die Adhäsion.

Bei den Rolling-Bottle-Versuchen konnte ein signifikanter Einfluss der Gesteinseigenschaften insbesondere des Zeta-Potentials und des Ca-Anteils der löslichen Salze auf den Umhüllungsgrad festgestellt werden. Eine genauere Quantifizierung der Einflussfaktoren ist nach einer Rolldauer von 48 h möglich.

Der Schüttelabriebversuch hat sich mit den hier gewählten Randbedingungen als nicht hinreichend differenzierendes Adhäsionsprüfverfahren erwiesen, da die mechanische Beanspruchungskomponente offensichtlich überwiegt.

Auch mit der Tropfenkonturanalyse konnten keine eindeutig Ergebnis beeinflussenden Kriterien aus den Gesteinseigenschaften und aus den Bitumeneigenschaften abgeleitet werden. Die Ergebnisse werden grundsätzlich von der Rauigkeit und Mikrotexur der geschliffenen Gesteinsplatten beeinflusst, obwohl diese unter gleichen Bedingungen präpariert wurden. Die exemplarischen Versuche mit der Bestimmung des Differenzkontaktwinkels (Veränderungen durch Wassereinfluss) zeigte die höchste Differenzierung der Prüfergebnisse mit dem Kontaktwinkelgerät, obwohl auch hier teilweise widersprüchliche Ergebnisse mit den Aussagen der Rolling-Bottle-Tests auftraten. Dennoch sollten mit diesen Ansätzen weitergehende Untersuchungen zur Verbesserung der Aussagekraft des Prüfverfahrens erfolgen.

Die Untersuchungen im Rolling-Bottle-Test zeigen im Zusammenhang mit den Zeta-Potentialen der verwendeten Gesteinskörnungen. Eine Rollzeit von 6 Stunden ist nicht ausreichend für eine hinreichende Differenzierung der Ergebnisse. Mit zunehmender Rollzeit verbessert sich zunächst die Aussagekraft der Ergebnisse. Eine Rollzeit von 48 h scheint die größtmögliche Differenzierung zu liefern. Eine noch längere Rollzeit ist nicht zu empfehlen, da dann weniger das Adhäsionsverhalten, sondern vielmehr die Kantenfestigkeit des Gesteins maßgebend wird.

Bei den Versuchen zum Einfluss der Lagerungszeit der Gesteine konnte unter den hier gewählten Randbedingungen kein nennenswerter Einfluss auf das Zeta-Potential, die Ladungsmessungen und das Haftverhalten festgestellt werden. Der Einfluss von haftverbessernden Zusätzen konnte sowohl mit den Ergebnissen der Rolling-Bottle-Tests als auch mit der Kontaktwinkelmessung gezeigt werden. Der Einfluss ist beim haftkritischen Quarzit deutlicher ausgeprägt als beim Kalkstein.

Die Versuche zur Haftgrenztemperatur zeigen, dass der pH-Wert des Wassers einen Einfluss auf die Haftgrenztemperatur (HGT) ausübt. Mit abnehmenden pH-Wert sinkt bei Diabas und Grauwacke das Zeta-Potential (Betrag). Je höher das Zeta-Potential (Betrag) ist, desto geringer ist die Haftgrenztemperatur. Bei den Versuchen bei gleichem pH-Wert des Wassers konnte bei allen Gesteinen kein signifikanter Einfluss des Zeta-Potentials festgestellt werden. Hier sinkt die HGT mit zunehmendem komplexem Schermodul ( $G^*$ ), d.h. Steifigkeit, und Quarzgehalt der Gesteine und steigt hingegen mit zunehmendem Ca-Anteil der löslichen Salze und zunehmenden  $SO_4$ -Anteil der Gesteine. Der hier festgestellte Einfluss von  $G^*$  widerspricht den Angaben der Literatur, nach denen sich Bitumen mit einer höheren Viskosität schwerer von Wasser verdrängen lassen. Zudem soll sich eine niedrige Viskosität des Bitumens und die damit verbundene niedrigere Oberflächenspannung positiv auf die Benetzungsfähigkeit des Bitumens auswirken. Dieser Effekt kann ggf. zu einer besseren Benetzung/Verzahnung des Bitumens mit dem Gestein führen, sodass bei einer geringeren Steifigkeit des Bitumens eine höhere Temperatur des Wassers zur Ablösung des Bitumens erforderlich ist. [MAJIDZADEH, BROVOLD 1968].

Die Projektergebnisse zeigen, dass bei der Bewertung der Haftverfahren verschiedener Gesteine die Betrachtung der Mineralogie und der aus dem Mineralspektrum abgeleitete Chemismus

weitere Erkenntnisse zulassen. Unter der Annahme der Bedeutung der Oberflächenladungen (Stichwort Zeta-Potential) ist bei der Korrelation verschiedener Merkmale wie Mineralogie, Zeta-Potential, Haftverhalten etc. zu beachten, dass die chemisch gemessenen Elemente an unterschiedliche Mineralphasen gebunden sind (im Quarzit liegt Si als Quarz vor, im Basalt ist Si Bestandteil der gesteinsbildenden Minerale Olivin, Diopsid und Plagioklas, bei gleichzeitigem Fehlen von Quarz). In Abhängigkeit der Mineralphasen bilden sich die entsprechenden Oberflächenpotentiale heraus. Signifikante Beispiele in diesem Projekt sind der Kalkstein (als einziges Gestein mit einem positiven Zeta-Potential) sowie der Quarzit mit dem negativsten Zeta-Potential aller untersuchten Gesteine. Ebenso wie der Quarz wiesen Si-haltige Mineralphasen wie Tonminerale und Feldspäte negative Zeta-Potentiale auf, jedoch in unterschiedlichen Größenordnungen. Grundsätzlich zeigt sich die Korrelation zwischen schlechterer Haftung und erhöhtem  $SiO_2$ - und Quarzgehalt, verbunden mit sinkendem Zeta-Potential. Bisher nicht erklärt werden kann die auch im Straßenbau als „weniger haftkritisch“ eingestufte Grauwacke. Allerdings verbirgt sich hinter dem Begriff „Grauwacke“ ein Gesteinsbegriff, der aufgrund seiner Genese chemisch-mineralogisch in weiten Bereichen schwanken kann. U.a. kann er Karbonate enthalten, was eine Begründung für eine bessere Haftfestigkeit sein kann.

Mit den hier vorliegenden Untersuchungen wurde eine vergleichsweise geringe Anzahl an Gesteinsarten mit ähnlichen Porositäten untersucht. Die multiplen Regressionen lassen tendenzielle Abhängigkeiten vom Mineralbestand der Gesteinskörnungen erkennen, wobei die komplexen Mineralgemische der Gesteinskörnungen vermutlich die Aussage vermindern. Für Folgeversuche wird mineralseitig empfohlen, Zeta-Potential- und Ladungsmessungen nicht nur an weiteren Gesteinen, die im Straßenbau eingesetzt werden, durchzuführen, sondern vorab an einzelnen (reinen), gesteinsbildenden Mineralen (Quarz, Feldspat, Calcit, Dolomit, Kaolinit) Zeta-Potential Untersuchungen durchzuführen, um die Aussagekraft der Messverfahren zu erhöhen und die Bewertung der Gesteine im Hinblick auf ihre Eignung resp. auf die Auswahl und Dosierung haftverbessernder Additive zu verbessern. Über diese Vorgehensweise eröffnet sich ggf. die Möglichkeit, kombiniert mit den Ergebnissen dieses Vorhabens, optimale Ladungsverhältnisse zu ermitteln und hieraus, einfach zu messende, chemische Grenzwerte für Gesteine gezielt einzustellen und zu definieren.

Parallel sollten auch bitumenseitig ausgewählte Tests zur Ermittlung des Haftverhaltens an den Einzelmineralen durchgeführt werden.

Möglicherweise lassen sich aus den Ergebnissen mit diesen Einzelmineralen Berechnungsmodelle für komplexe Mineralgemische (typische Gesteinsarten) ableiten. Alternativ oder ergänzend wäre die Ausweitung der Gesteinsvarianten mit erneuter multipler Regression sinnvoll.

Mit den Untersuchungen wurden nur Gesteine mit vergleichbarer Porosität geprüft. Um den Einfluss der Porosität zu quantifizieren, wäre z.B. eine weitere Untersuchungsreihe mit einem Gestein mit unterschiedlichen Porositäten (z.B. Rhyolith) anzustreben.

Um den Einfluss des Bitumens weitergehend und isoliert vom Gestein zu quantifizieren, sollten Versuche mit synthetischen Oberflächen, deren Eigenschaften genau bekannt sind, durchgeführt werden. Als Prüfverfahren wären dafür die Tropfenkonturanalyse und das neu entwickelte Prüfverfahren (DSR unter Wasser) - nach Schaffung eines Bewertungskriteriums - geeignet. Des Weiteren sollte die Ladungsmessung an Bitumenproben mittels PCD weiterverfolgt werden, da hiermit die Frage nach den Wechselwirkungen beider Adhäsionskomponenten richtig beantwortet werden kann.

Die Ergebnisse der hier vorliegenden Untersuchungen sind in das Forschungsprojekt FE 07.0254/2011/ERB „Kriterien für die Dauerhaftigkeit von Asphalttschichten – Untersuchung zur Ansprache des Haftverhaltens“ eingeflossen. Hierin werden Untersuchungsmethoden an Asphaltproben unter Verwendung gleicher Materialkomponenten durchgeführt. Eine Übertragung der jeweiligen Erkenntnisse ist damit gegeben.

Während der Bearbeitung des Forschungsprojektes fand eine außergewöhnlich intensive und konstruktive Diskussion im Betreuungsausschuss statt. Hierfür bedanken sich die Forschungsnehmer sehr herzlich. Ein besonderer Dank gilt dabei Herrn Wilfried Schellenberger, der mit seinen Anregungen aus langjährigen Erfahrungen das Projekt in hohem Maße bereichert hat.

## 8 Literatur

### Normen, Vorschriften und Merkblätter

DIN EN 725-5: Hochleistungskeramik - Prüfverfahren für keramische Pulver – Teil 5: Bestimmung der Teilchengrößenverteilung, Beuth Verlag, Berlin, Ausgabedatum: 2007

DIN EN 1097-6: Prüfverfahren für mechanische und physikalische Eigenschaften von Gesteinskörnungen - Teil 6: Bestimmung der Rohdichte und der Wasseraufnahme, Beuth Verlag, Berlin, Ausgabedatum: 2013

DIN EN 1426: Bitumen und bitumenhaltige Bindemittel - Bestimmung der Nadelpenetration, Beuth Verlag, Berlin, Ausgabedatum: 2013

DIN EN 1427: Bitumen und bitumenhaltige Bindemittel - Bestimmung des Erweichungspunktes - Ring- und Kugel-Verfahren, Beuth Verlag, Berlin, Ausgabedatum: 2013

DIN EN 12274-7: Dünne Asphalttschichten in Kaltbauweise - Teil 7: Schüttel-Abriebprüfung, Beuth Verlag, Berlin, Ausgabedatum: 2005

DIN EN 12593: Bitumen und bitumenhaltige Bindemittel - Bestimmung des Brechpunktes nach Fraaß; Beuth Verlag, Berlin, Ausgabedatum: 2013

DIN EN 12697-11: Asphalt - Prüfverfahren für Heiasphalt - Teil 11: Bestimmung der Affinität von Gesteinskörnungen und Bitumen, Beuth Verlag, Berlin, Ausgabedatum: 2012

DIN EN 13925-1: Zerstörungsfreie Prüfung - Röntgendiffraktometrie von polykristallinen und amorphen Materialien – Teil 1: Allgemeine Grundlagen, Beuth Verlag, Berlin, Ausgabedatum: 2003

DIN EN 14770: Bitumen und bitumenhaltige Bindemittel - Bestimmung des komplexen Schermoduls und des Phasenwinkels - Dynamisches Scherrheometer (DSR), Beuth Verlag, Berlin, Ausgabedatum: 2012

DIN EN 14771: Bitumen und bitumenhaltige Bindemittel - Bestimmung der Biegekekrieche-steifigkeit - Biegebalkenrheometer (BBR), Beuth Verlag, Berlin, Ausgabedatum: 2012

- DIN EN 27888: Wasserbeschaffenheit; Bestimmung der elektrischen Leitfähigkeit, Beuth Verlag, Berlin, Ausgabedatum: 1993
- DIN 38414-4: Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung; Schlamm und Sedimente (Gruppe S); Bestimmung der Eluierbarkeit mit Wasser (S 4), Beuth Verlag, Berlin, Ausgabedatum: 1984
- DIN 51001: Prüfung oxidischer Roh- und Werkstoffe - Allgemeine Arbeitsgrundlagen zur Röntgenfluoreszenz-Analyse (RFA), Beuth Verlag, Berlin, Ausgabedatum: 2003
- DIN 66165-1: Partikelgrößenanalyse; Siebanalyse; Grundlagen, Beuth Verlag, Berlin, Ausgabedatum 1987
- DIN ISO 9277: Bestimmung der spezifischen Oberfläche von Festkörpern mittels Gasadsorption - BET-Verfahren, Beuth Verlag, Berlin, Ausgabedatum: 2014
- DIN EN ISO 10304-1: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von gelösten Anionen mittels Flüssigkeits-Ionenchromatographie - Teil 1: Bestimmung von Bromid, Chlorid, Fluorid, Nitrat, Nitrit, Phosphat und Sulfat (ISO 10304-1:2007); Beuth Verlag, Berlin, Ausgabedatum: 2009
- DIN EN ISO 10523: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung des pH-Werts, Beuth Verlag, Berlin, Ausgabedatum: 2012
- DIN EN ISO 11885: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von ausgewählten Elementen durch induktiv gekoppelte Plasma-Atom-Emissionsspektrometrie (ICP-OES), Beuth Verlag, Berlin, Ausgabedatum: 2009
- DIN EN 12606-1: Bitumen und bitumenhaltige Bindemittel - Bestimmung des Paraffingehaltes - Teil 1: Destillationsverfahren, Beuth Verlag, Berlin, Ausgabedatum: 2007
- DIN EN ISO 12677: Chemische Analyse von feuerfesten Erzeugnissen durch Röntgenfluoreszenz-Analyse (RFA) - Schmelzaufschluss-Verfahren, Beuth Verlag, Berlin, Ausgabedatum: 2013
- FGK-Arbeitsvorschrift Basismessung: Bestimmung des Zeta-Potentials im Initialzustand der Suspension
- FGK-Arbeitsvorschrift Titrationsmessung: Bestimmung des Zeta-Potentials in Abhängigkeit des pH-Werts bzw. von Additivzugabe
- Literaturquellen und Internetpräsenzen**
- BAGAMPADDE, U.; KIGGUNDU, B.M.: Fundamentals of Stripping in Bituminous Pavements – State of the Art, Research Report Trita-VT AR 03:01, Stockholm, 2003
- BECKEDAHL, H.; NÖSLER, I.: Beitrag zur prüftechnischen Ansprache des Haftverhaltens zwischen Mineralstoffe und Bitumen, Band 1, Schriftenreihe des Fachzentrums Verkehr, Universität Wuppertal, 1999
- BÖHLER, N.: Entwicklung eines fotooptischen Verfahrens zur Auswertung des Rolling-Bottle-Tests auf Basis von MATLAB®. Bachelorarbeit, Lehrstuhl für Verkehrswegebau, Bochum, 2014
- BTG Instruments GmbH: Datenblatt Müttek (TM) PCD-04 Particle Charge Detector, 2007
- DIEDEL, R.; DÖRR, H.; GEIß, P.L.; PRESSER, M., ROTH, E., WITTEW, W: Identification and modification of the surface properties of calcite fillers as a basis for new, highly filled adhesives, Mineral Surfaces – From Atomic Processes to Industrial Application; Geotechnologies Science Report No, 16, S. 96 – 110, 2010
- DIEDEL, R.; GEIß, P.L.; PEUKER, M.; ROTH, E., WITTEW, W: Füllstoffe – Identifizierung und Modifizierung der Oberflächen calcitischer Füllstoffe als Basis für die Prozessbeherrschung und die Entwicklung neuer, hochgefüllter Klebstoffsysteme, BMBF-Abschlussbericht (Fördernummer 03G0715), 2011
- ENGELS, M.; DIEDEL, R., PEUKER, M., EMMERICH, H., YANG, H., AGNÉ, T.; BAYARD, E.; LATIEF, O.; VUIN, A.; HAAS, S.; LÜCK, C.; WERTGEN, D.; EMMERICH, K., STEUDEL, A.: SIMSAN – Simulationsunterstützte Entwicklung prozessstabiler Rohstoffkomponenten und Suspensionen für die Produktion von Sanitärkeramik auf der Basis modifizierter Mineraloberflächen, BMBF-Abschlussbericht, Förderkennzeichen 03G0716 A-E, 2012
- GROTHER, H.; WISTUBA, M.: Affinität Bitumen/Gestein – eine dauerhafte Verbindung?, Gestrata Journal, Nr. 129, 2010

- HARDERS, O.; NÖSLER, I.: Einfluss der Oberflächenaktivität von Mineralstoffen auf das Gebrauchsverhalten von Walzasphalt, Arbeitsgemeinschaft der Bitumen-Industrie e.V. (ARBIT), Bitumen, 65, 1, 2003
- HIRSCH, V.; FRIEMEL-GÖTTLICH, B.: Bestimmung des adhäsiven Potentials von Bitumen und Gesteinsoberflächen mit Hilfe der Kontaktwinkel-messmethode, Straßenbau Heft S 59, Berichte der Bundesanstalt für Straßenwesen, 2009
- KORN, S.: Beurteilung der Benetzbarkeit und des Adhäsionsvermögens von Bitumen an Mineralstoffen mittels Kontaktwinkel-messungen. Diplomarbeit. Hamburg. Hochschule für angewandte Wissenschaften, Fachbereich Bauingenieurwesen, 06/2004
- LABIB, M.E.: Asphalt-aggregate interactions and mechanism for water stripping. Prep. Pap. American Chemical Society, Div. Fuel Chemistry 37 (3), 1992
- MACK, C.: Physical Properties of Asphalts in Thin Films. Industrial and Engineering Chemistry, Vol. 49, No. 3, 1957
- MAJIDZADEH, K.; BROVOLD, F. N.: Special Report 98: State of the Art: Effect of Water on Bitumen -Aggregate Mixtures, HRB, National Research Council, Washington D.C., 1968, übersetzt von Gragger, Schriftenreihe der Ilseder Schlackenverwertung Dr. Schmidt & CO. KG, Heft 11, 1971
- McBAIN, J. W.; HOPKINS, D. G.: On Adhesives and Adhesive Action. The Journal of Physical Chemistry, Vol. 29, 1924
- MÜLLER, R.H.: Zetapotential und Partikelladung in der Laborpraxis, Paperback APV, Wissenschaftliche Verlagsgesellschaft Stuttgart, 1996
- NEHRINGS, A.: Affinitätsproblem zwischen Gestein und Bitumen, Lösungsansatz: Einsatz von Haftvermittlern, Giesel Verlag GmbH, asphalt, Heft 4, 2009
- OETZEL, C.: Zetapotentialmessung an keramischen, originalkonzentrierten Dispersionen mit dem DT-310/ DT-1202, Application Note 159, März 2012
- OETZEL, C.: Elektrokinetische Eigenschaften keramischer Teilchen in ungewöhnlichen Medien; Quantachrome Partikelwelt Ausgabe 15, Mai 2014
- RADENBERG, M., RUBE, N., MALKOC, G.: Development of a new direct adhesion test method. Accepted Congress Paper, 5. Euroasphalt & Eurobitumen Congress 2012 Proceedings
- RADENBERG, M.; NYTUS, N.; GEHRKE, M.: Einfluss der chemischen, rheologischen und physikalischen Grundeigenschaften von Straßenbaubitumen auf das Adhäsionsverhalten unterschiedlicher Gesteinskörnungen, IGF-Vorhaben 16639 N/1, 2014
- RENKEN, P.: Haftung zwischen Bitumen und Gesteinskörnungen – ein Statusbericht. Arbeitsgemeinschaft der Bitumen-Industrie e.V. (ARBIT), Bitumen, Heft 1, März 2003
- RENKEN, P.: Adhäsion – gibt es objektive Bewertungskriterien?, Giesel Verlag GmbH, asphalt, Heft 7, 2011
- RUBE, N.; GEHRKE, M.: Adhäsion von Bitumen und Gestein – Eine Frage der Bitumenchemie?, Asphalt-Seminar 2013, Willingen, 2013
- TARRER, A.R.; Wagh, V.: The Effect of the Physical and Chemical Characteristics of the Aggregate on Bonding. Auburn University, Strategic Highway Research Program, SHRP-A/UIR-91-507
- VAN OSS, C. J.; CHAUDHURY, M. K., and GOOD, R. J.: Interfacial Lifshitz-van der Waals and polar interactions in macroscopic systems. Chemical Review, 88, 927, 1988

## Schriftenreihe

### Berichte der Bundesanstalt für Straßenwesen

#### Unterreihe „Straßenbau“

## 2011

S 68: Lärmindernder Splittmastixasphalt  
Ripke

Dieser Bericht liegt nur in digitaler Form vor und kann unter <http://bast.opus.hbz-nrw.de/> heruntergeladen werden.

S 69: Untersuchung der Messunsicherheit und der Klassifizierungsfähigkeit von Straßenbelägen  
Müller, Wasser, Germann, Kley € 14,50

S 70: Erprobungsstrecke mit Tragschichten ohne Bindemittel aus ziegelreichen RC-Baustoffen  
Dieser Bericht liegt außerdem in digitaler Form vor und kann unter [http:// bast.opus.hbz-nrw.de](http://bast.opus.hbz-nrw.de) heruntergeladen werden.  
Jansen, Kurz € 16,00

S 71: Enteignung für den Straßenbau – Verfahrensvereinheitlichung – Privatisierung – Referate eines Forschungsseminars des Arbeitskreises „Straßenrecht“ im September 2010 in Bonn € 15,00

S 72: Griffigkeitsprognose an offenporigen Asphalten – Teil 2: Neue Baumaßnahmen  
Jansen, Pöppel-Decker € 15,00

S 73: Längsebenenheitsauswerteverfahren „Bewertetes Längsprofil“ – Weiterentwicklung der Längsebenenheitsbewertung der Zustandserfassung und -bewertung  
Maerschalk, Ueckermann, Heller € 18,50

## 2012

S 74: Verbundprojekt „Leiser Straßenverkehr 2“ – Reduzierte Reifen-Fahrbahn-Geräusche  
Projektgruppe „Leiser Straßenverkehr 2“ € 30,50

S 75: Abschätzung der Risiken von Hang- und Böschungsrutschungen durch die Zunahme von Extremwetterereignissen  
Krauter, Kumerics, Feuerbach, Lauterbach € 15,50

S 76: 42. Erfahrungsaustausch über Erdarbeiten im Straßenbau  
Maerschalk, Ueckermann, Heller € 18,50

S 77: Netzplanung – Netzbildung – Netzbereinigung  
Durner € 16,50

S 78: Untersuchung des Einflusses der Grobtextur auf Messergebnisse mit dem SKM-Verfahren  
Bürckert, Gauterin, Unrau € 16,50

## 2013

S 79: Gussasphalt ohne Abstreuerung  
Ripke € 9,00

S 80: Entwicklung einer neuen Versuchstechnik zur Bestimmung der Grenze zwischen halbfestem und festem Boden  
Vogt, Birle, Heyer, Etz € 17,50

S 81: Das straßenrechtliche Nutzungsregime im Umbruch – Aktuelle Fragen des Planungsrechts  
Durner € 15,00

## 2014

S 82: Qualitätskontrolle PWS – Wehner/Schulze Quality Control  
Teil 1: Auswertung der Kenndaten der PWS Prüfung  
Teil 2: Auswertung von Vergleichsuntersuchungen zur Prüfung der Poliereinheit mittels Schleifpapier

Jansen

Dieser Bericht liegt nur in digitaler Form vor und kann unter <http://bast.opus.hbz-nrw.de/> heruntergeladen werden.

S 83: Die Stellung der Gemeinden im Straßenrecht – aktuelle Probleme des Umweltrechts – Referate eines Forschungsseminars des Arbeitskreises „Straßenrecht“ am 23./24. September 2013 in Bonn  
Durner € 17,00

S 84: Anforderungen an die Erhaltung von Radwegen  
Maerschalk, Oertelt € 19,00

S 85: Kornformbeurteilung mit dem optischen Partikelmessgerät Camsizer®  
Kunz

Dieser Bericht liegt nur in digitaler Form vor und kann unter <http://bast.opus.hbz-nrw.de/> heruntergeladen werden.

## 2015

S 86: Einfluss des Asphaltgranulates auf die bemessungs- und ermüdungsrelevanten Materialeigenschaften einer zwangsgebundenen, kaltgebundenen und bitumendominanten Tragschicht  
Radenberg, Miljković, Schäfer

Dieser Bericht liegt nur in digitaler Form vor und kann unter <http://bast.opus.hbz-nrw.de/> heruntergeladen werden

S 87: Untersuchungen zur Ermittlung von Präzisionswerten für zwei AKR-Schnelltests Durchführung und Auswertung  
Müller, Seidel, Böhm

Dieser Bericht liegt nur in digitaler Form vor und kann unter [http:// bast.opus.hbz-nrw.de/](http://bast.opus.hbz-nrw.de/) heruntergeladen werden.

S 88: Verwendung von AKR-geschädigtem Betonaufbruch für hydraulisch gebundene Tragschichten  
Hüniger, Börner

Dieser Bericht liegt nur in digitaler Form vor und kann unter [http:// bast.opus.hbz-nrw.de/](http://bast.opus.hbz-nrw.de/) heruntergeladen werden.

S 89: Ermittlung von repräsentativen Substanzwerten in homogenen Abschnitten  
Villaret, Frohböse, Jähmig, Karcher, Niessen, Buch, Zander

Dieser Bericht liegt nur in digitaler Form vor und kann unter <http://bast.opus.hbz-nrw.de/> heruntergeladen werden.

S 90: AKR-Untersuchungen für Fahrbahndecken aus Beton mit Waschbetonoberfläche  
Müller, Seidel, Böhm, Stark, Ludwig, Seyfarth

Dieser Bericht liegt nur in digitaler Form vor und kann unter [http:// bast.opus.hbz-nrw.de/](http://bast.opus.hbz-nrw.de/) heruntergeladen werden.

S 91: Straßen im Gesamtsystem der Verkehrsträger  
Durner

Dieser Bericht liegt nur in digitaler Form vor und kann unter [http:// bast.opus.hbz-nrw.de/](http://bast.opus.hbz-nrw.de/) heruntergeladen werden.

S 92: Längsebenenheitsmesssysteme – Überprüfung der Signalverarbeitungsverfahren nach dem Prinzip der Mehrfachabtastung (HRM)  
Neubeck, Wiesebrock

Dieser Bericht liegt nur in digitaler Form vor und kann unter [http:// bast.opus.hbz-nrw.de/](http://bast.opus.hbz-nrw.de/) heruntergeladen werden.

## 2016

S 93: Bewertung und Optimierung der Hydrophobierung zur Verminderung des AKR-Schädigungsfortschrittes in Fahrbahndeckenbetonen  
Weise, Schrang € 19,50

S 94: Beanspruchung und Entfernbarkeit temporärer Fahrbahnmarkierung  
Kemper, Schacht, Klapproth, Oeser, Beyer € 16,50

S 95: Bezugsgröße für den Verdichtungsgrad von Schichten ohne Bindemittel  
Bialucha, Merkel, Motz, Demond, Schmidt, Ritter, Haas € 14,50

S 96: Bewertungshintergrund für den Widerstand gegen Polieren von Gesteinskörnungen nach dem PWS-Verfahren  
Dudenhöfer, Rückert  
Dieser Bericht liegt nur in digitaler Form vor und kann unter <http://bast.opus.hbz-nrw.de/> heruntergeladen werden.

S 97: Einheitliche Bewertungs- kriterien für Elemente der Straßenverkehrsinfrastruktur im Hinblick auf Nachhaltigkeit – Straße und Tunnel  
Fischer, Sauer, Jungwirth, Baumgärtner, Hess, Ditter, Roth, Xalter  
Dieser Bericht liegt nur in digitaler Form vor und kann unter <http://bast.opus.hbz-nrw.de/> heruntergeladen werden.

S 98: Verifikation eines Europäischen Prüfverfahrens zur Beurteilung der Dauerhaftigkeit von Asphalt  
Böhm, Beara  
Dieser Bericht liegt nur in digitaler Form vor und kann unter <http://bast.opus.hbz-nrw.de/> heruntergeladen werden.

S 99: Ansprache und Steuerung von Healing-Effekten bei Asphalt  
Wistuba, Alisov, Isailović  
Dieser Bericht liegt nur in digitaler Form vor und kann unter <http://bast.opus.hbz-nrw.de/> heruntergeladen werden.

S 100: Probekörperherstellung für performance-basierte Asphaltprüfungen  
R. Roos, C. Karcher, A. Wittenberg  
Dieser Bericht liegt nur in digitaler Form vor und kann unter <http://bast.opus.hbz-nrw.de/> heruntergeladen werden.

S 101: Belastungseinrichtung Mobile Load Simulator MLS10 Sensorik zur Beanspruchungsdetektion im ersten gemeinsamen Versuchsbetrieb  
Wacker, Scherkenbach, Rabe, Golkowski  
Dieser Bericht liegt nur in digitaler Form vor und kann unter <http://bast.opus.hbz-nrw.de/> heruntergeladen werden.

S 102: Effizienz technischer Sicherungsmaßnahmen im Erdbau – Lysimeteruntersuchungen unter Laborbedingungen – Teil 1: Bodenmaterial  
Kellermann-Kinner, Bürger, Marks € 16,50

S 103: Effizienz technischer Sicherungsmaßnahmen im Erdbau – Untersuchungen von Bauweisen in Freilandlysimetern – Teil 1: Untersuchungszeitraum 2010 - 2013  
Brand, Tiffert, Endres, Schnell, Marks, Kocher € 19,50

S 104: Nachhaltige und effiziente Sanierung von Schlaglöchern  
Thienert, Beckedahl, Koppers, Paffrath, Nafe € 15,00

## 2017

S 105: Untersuchungen zur Überprüfung des Luftporenanteils als Verdichtungsanforderung bei feinkörnigen Böden und bindigen Mischböden  
Lypp, Birle, Heyer, Vogt € 20,50

S 106: Zusammenhang zwischen Bitumenchemie und straßenbautechnischen Eigenschaften  
Radenberg, Nytus, Gehrke  
Dieser Bericht liegt nur in digitaler Form vor und kann unter <http://bast.opus.hbz-nrw.de/> heruntergeladen werden.

S 107: Baustoffe für standfeste Bankette  
Koukoulidou, Birle, Heyer € 15,50

S 108: Neue Wege zur Finanzierung des Straßenbaus – Entwicklungen des europäischen Umweltrechts – Referate eines For-

schungsseminars des Arbeitskreises „Straßenrecht“ am 21./22. September 2015 in Bonn  
Durner

Dieser Bericht liegt nur in digitaler Form vor und kann unter <http://bast.opus.hbz-nrw.de/> heruntergeladen werden.

S 109: RIVA – Risikoanalyse wichtiger Verkehrsachsen des Bundesfernstraßennetzes im Kontext des Klimawandels  
Korn, Leupold, Mayer, Kreienkamp, Spekat € 15,50

S 110: Vergleichbarkeit der Auslaugraten von Materialien mit und ohne Sandzumischung nach dem Säulenkurzverfahren (DIN 19528)  
Lin, Linnemann, Vollpracht € 16,50

S 111: Bitumenextraktion aus Asphalt mit dem nachwachsenden Rohstoff Octansäuremethylester(Kokosester)  
Alisov, Wistuba  
Dieser Bericht liegt nur in digitaler Form vor und kann unter <http://bast.opus.hbz-nrw.de/> heruntergeladen werden.

S 112: Nachweis der flächendeckenden Verdichtungskontrolle von Asphalt  
Zander, Buch, Birbaum  
Dieser Bericht liegt nur in digitaler Form vor und kann unter <http://bast.opus.hbz-nrw.de/> heruntergeladen werden.

S 113: Einfluss der Temperatur auf die Probekörperherstellung bei Niedrigtemperaturgussasphalt im Rahmen der Kontrollprüfungen  
Schellenberg  
Dieser Bericht liegt nur in digitaler Form vor und kann unter <http://bast.opus.hbz-nrw.de/> heruntergeladen werden.

S 114: Studie zum Anwendungspotenzial von werksgemischtem Kaltbauweisen – Asphalt  
Mollenhauer  
Dieser Bericht liegt nur in digitaler Form vor und kann unter <http://bast.opus.hbz-nrw.de/> heruntergeladen werden.

S 115: Performance-orientierte Asphaltspezifikation – Entwicklung eines praxisingerechten Prüfverfahrens zur Ansprache des Verformungswiderstandes  
Wistuba, Isailović  
Dieser Bericht liegt nur in digitaler Form vor und kann unter <http://bast.opus.hbz-nrw.de/> heruntergeladen werden.

S 116: Weiterführende Untersuchungen zur Beurteilung des Adhäsionsverhaltens zwischen Bitumen und Gestein  
Radenberg, Nytus, Boetcher, Diedel, Miehl  
Dieser Bericht liegt nur in digitaler Form vor und kann unter <http://bast.opus.hbz-nrw.de/> heruntergeladen werden.

---

Fordern Sie auch unser kostenloses Gesamtverzeichnis aller lieferbaren Titel an! Dieses sowie alle Titel der Schriftenreihe können Sie unter der folgenden Adresse bestellen:

Fachverlag NW in der Carl Schünemann Verlag GmbH  
Zweite Schlachtpforte 7 · 28195 Bremen  
Tel. +(0)421/3 69 03-53 · Fax +(0)421/3 69 03-63

Alternativ können Sie alle lieferbaren Titel auch auf unserer Website finden und bestellen.

[www.schuenemann-verlag.de](http://www.schuenemann-verlag.de)