

Weiterentwicklung der Prüfung der Kraftduktilität von Polymermodifizierten Bindemittel und modifi- zierten Bindemitteln aus Bitumenemulsionen

FE 07.220/2007/BGB
im Auftrag des
Bundesministeriums für Verkehr,
Bau und Stadtentwicklung

vertreten durch die
Bundesanstalt für Straßenwesen



**RWTHAACHEN
UNIVERSITY**

Univ.-Prof. Dr.-Ing. habil. Markus Oeser
Univ.-Prof. em. Dr.-Ing. habil. Bernhard Steinauer
Dipl.-Ing. Karen Scharnigg

Schlussbericht

März 2013

Kurzfassung - Abstract

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

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

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

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

Bezüglich der Prüftemperatur sollte ein Vorgehen gewählt werden, dass es erlaubt, die Ergebnisse, die bei den verschiedenen Bitumensorten gewonnen werden, zu vergleichen. Dies könnte beispielsweise 10°C als Prüftemperatur sein.

Die Festlegung einer einheitlichen Prüftemperatur und dann entsprechend sortenspezifische Anforderungen

an die Formänderungsarbeit würden auch bei unbekanntem Bitumen und/oder Kontrollprüfungen die Durchführung der Kraftduktilitätsprüfung sowie die Bestimmung der Bitumensorte erleichtern.

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

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

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

Um die einzelnen Sorten anhand der Prüfergebnisse unterscheiden bzw. differenzieren zu können, sind die Prüfungen bei einheitlichen Temperaturen unabhängig von der Bitumensorte notwendig, da sich mit der Änderung der Temperatur auch der Kurvenverlauf und somit die Kennwerte ändern.

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

Further development of the force ductility test method for polymer modified binders and modified binders from bitumen emulsion

In the scope this project, the developing situation of the force ductility test method in the national and European background was investigated. Evaluation of the obtained data was considered in details. Practice-oriented parameters regarding the performing and evaluation of this were found out. Furthermore, it was tried to consider the trend and eventually also the form of the whole force ductility curve in the evaluation, rather than the current situation that only the value points in certain fixed zones were considered.

Based on the results from this project, it can be ascertained that, the specimen form with straight web (Form II) according to DIN EN 13589 is favourable compared with the form (Form I) specified in DIN EN 13398 with tapered web, for in spite of the higher maximal force in the case of Form I, it often came to a premature cracking in the specimen and the extension length was significantly less than in the case of Form I. In many cases, it is impossible to determine stretching work in the deforming range between 200 mm and 400 according to DIN EN 13703 in testing with Form I, because the extension cannot reach 400 mm. As a result, the form with tapered web (Form I) was not recommended for the force ductility test in spite of its application in the elastic recovery specified by DIN EN 13398.

In terms of stretching speed, the speed of 50 mm/min so far defined in the standard should be maintained, because reduction of this speed brings no advantages like avoiding early cracking at low temperatures, but only lengthens the testing time, for example a reduction of the stretching speed to 25 mm/min will double the time.

Regarding the test temperature, a procedure should be chosen which allows a comparison of the results obtained from various bitumen sorts. This could be for example 10 °C as the test temperature.

The establishment of a uniform test temperature and corresponding requirements of the deformation energy for specific binder sort would also make the operation of the force ductility test and the sorting of bitumen easier in the case of unknown bitumen and/or controlling test.

On basis of the findings in this project, a specimen with straight web according to DIN EN 13589 and a stretching speed of 50 mm/min should be chosen for the force ductility test. Other boundary condi-

tions like specimen of the form with tapered web and stretching speed of 25 mm/min have been proved to be inappropriate in terms of operability, easiness to be evaluated and practicability.

The recovery method of polymer modified bitumen emulsion according to the draft of DIN EN 13074-1 turned to be suitable in laboratory investigations in view of the applicability and the test results, so that no modification is needed.

For precise interpretation of the force ductility curves and eventually differentiation of the individual sort, a separation of the curve into two parts is necessary. However, no procedure could so far be established, to which this partition is one-to-one corresponding. This is principally because in the practice the range of the test results for a single sort is already very wide. Therefore, it cannot always be excluded, that the boundary zones of the separated sorts do not overlap.

In order to differentiate the individual sort on basis of the test results, it is necessary to perform the tests under the same temperature that is independent of the bitumen sort, for the path of the curves can also change with the change of temperature and so the characteristic values of the curves.

The method to divide the curves into sections should be free from subjective influences rather purely be performed mathematically, and it should be comprehensible and easily applicable in the daily operation of laboratory. Hence as a relatively easier variant, it is recommended to calculate the slope of the curve based on the first derivative. Independent of the curve type, the maximum of the slope can always be determined. On basis of this, separation of both parts of the force ductility curve can be easily and quickly performed. Further interpretation of the curve and sorting of the binders into a certain grade can follow the quotient between the deformation energy in both stages.

Inhalt

| | |
|---|-----------|
| Kurzfassung - Abstract | 3 |
| Inhalt 5 | |
| 1 Problemstellung und Zielsetzung | 7 |
| 2 Forschungsvorhaben | 7 |
| 3 Stand der Technik | 8 |
| 3.1 Allgemeines | 8 |
| 3.2 Einflussfaktoren auf die Kraftduktilitätsprüfung..... | 8 |
| 3.2.1 Einflussparameter bei der Versuchsdurchführung | 9 |
| 3.2.2 Einflussparameter bei der Versuchsauswertung und der Beurteilung der Ergebnisse der Kraftduktilitätsprüfung | 10 |
| 3.3 Einflüsse des Bitumens auf die Ergebnisse der Kraftduktilitätsprüfung | 11 |
| 4 Prüfverfahren | 11 |
| 4.1 Allgemeines | 11 |
| 4.2 Kraftduktilitätsprüfung..... | 11 |
| 4.3 Rückgewinnung von Bitumen aus den Bitumenemulsionen..... | 13 |
| 5 Untersuchungsplan / Vorgehen | 13 |
| 5.1 Allgemeines | 13 |
| 5.2 Auswahl der Bitumen und der Bitumenemulsionen..... | 14 |
| 5.3 Ergänzende Untersuchungen | 15 |
| 5.4 Kraftduktilitätsprüfung - Variation der Prüfbedingungen | 17 |
| 5.5 Probenvorbereitung / Probenbehandlung . | 17 |
| 5.6 Voruntersuchungen | 19 |
| 5.6.1 Allgemeines | 19 |
| 5.7 Probekörperperformen | 19 |
| 5.8 Probenbezeichnungen | 20 |
| 6 Ergebnisse der Voruntersuchungen | 21 |
| 6.1 Bitumenhaltige Bindemittel (polymermodifizierte Bitumen)..... | 21 |
| 6.2 Modifizierte Bitumenemulsionen | 21 |
| 6.3 Kraftduktilitätsprüfung – Überprüfung des Duktilometers | 25 |
| 6.3.1 Kraftmessdosen | 25 |
| 6.3.2 Ziehgeschwindigkeit | 25 |
| 6.4 Kraftduktilitätsprüfung – Einfluss der Temperierdauern..... | 26 |
| 6.4.1 Lagerung der Proben | 26 |
| 6.4.2 Einfluss der Temperierung an der Luft..... | 27 |
| 7 Ergebnisse der ergänzenden Untersuchungen | 29 |
| 7.1 Thermische Beanspruchung ausgewählter Bitumenproben – Kurzzeitalterung (RTFOT) nach DIN EN 12607-1 | 29 |
| 7.2 Chemisch-strukturelle Untersuchungen ausgewählter Bitumenproben | 31 |
| 7.3 Untersuchung von Standard-Bitumenproben als Referenzproben..... | 34 |
| 8 Untersuchungsergebnisse der Kraftduktilitätsprüfungen | 34 |
| 8.1 Allgemeines..... | 34 |
| 8.2 Einfluss der Randbedingungen bei der Kraftduktilitätsprüfung | 34 |
| 8.2.1 Einfluss der Prüftemperatur | 35 |
| 8.2.2 Einfluss der Probekörperform | 36 |
| 8.2.3 Einfluss der Ziehgeschwindigkeit..... | 37 |
| 8.3 Ergebnisse für die Standardbitumen | 37 |
| 8.4 Ergebnisse für das PmB 25A (10/40-65A).39 | |
| 8.5 Ergebnisse für das PmB 45A (25/55-55A).40 | |
| 8.6 Ergebnisse für das PmB 65A (45/80-50A).41 | |
| 8.7 Ergebnisse für das PmB 130A (120/200-40A)..... | 42 |
| 8.8 Ergebnisse für das PmB 40/100-65H (40/100-65A) | 43 |
| 8.9 Ergebnisse der gealterten Bitumenproben | 44 |
| 8.10 Ergebnisse der polymermodifizierten Bitumenemulsionen | 45 |
| 8.11 Auffälligkeiten..... | 45 |
| 9 Festlegungen von Prüfbedingungen für die Kraftduktilitätsprüfungen | 46 |
| 10 Auswertung der Kraftduktilitätsprüfungen | 47 |
| 10.1 Allgemeines..... | 47 |
| 10.2 Normung | 47 |
| 10.3 Weitergehende Auswertung der Kurven.... | 48 |
| 11 Interpretation des Verlaufes der Kraftduktilitätskurven | 51 |
| 12 Zusammenfassung | 52 |
| Literatur | 55 |

1 Problemstellung und Zielsetzung

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

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

Des Weiteren wurden auch in der DIN EN 13808 [3], der Anforderungsnorm für die kationischen Bitumenemulsionen, erstmalig Anforderungswerte für die Kohäsion der verwendeten modifizierten Bitumen festgelegt. Die Kohäsion kann dabei entweder durch die Pendelprüfung nach DIN EN 13588 [4], durch den Zugversuch nach DIN EN 13587 [5] oder durch die Kraftduktilitätsprüfung nach DIN EN 13589 [6] ermittelt werden. Die Angabe der Kohäsionsenergie erfolgt dabei gemäß [3] und [19] jeweils entsprechend der Anforderungen der jeweiligen Norm. Bei der Kraftduktilitätsprüfung gemäß [6] beträgt die Prüftemperatur standardmäßig 5°C, kann aber auch bei weichen bitumenhaltigen Bindemitteln bei niedrigeren Temperaturen (z.B. 0°C) durchgeführt werden. Demzufolge werden für die

Bitumenemulsionen in den TL BE-StB 07 [19] anders als für die elastomermodifizierten Bitumen in den TL Bitumen-StB 07 [16] nur Anforderungen an die Formänderungsarbeit ohne direkte Vorgabe der Prüftemperatur formuliert. Bisher war in den nationalen Anforderungsdokumenten von Deutschland für Bitumenemulsionen die Ermittlung bzw. Beurteilung der Kohäsion nicht vorgesehen.

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

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

2 Forschungsvorhaben

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

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

3 Stand der Technik

3.1 Allgemeines

Die Kraftduktilitätsprüfung sowie auch die Prüfung der elastischen Rückstellung werden bislang vorwiegend dazu verwendet, um zwischen modifiziertem und nicht modifiziertem Bitumen zu unterscheiden. Beurteilungskriterium stellt bei der Kraftduktilitätsprüfung die Formänderungsarbeit dar, die sich aus der aufgezeichneten Kraftduktilitätskurve durch Integration der gemessenen Kraft über den Dehnweg gemäß DIN EN 13703 [9] ergibt und bei der elastischen Rückstellung wird die gemessene elastische Rückstellung bei der Prüfung nach DIN EN 13398 [8] für die Beurteilung herangezogen. Allerdings ist die Prüfung der elastischen Rückstellung nur ein qualitatives und kein quantitatives Verfahren sowie ausschließlich für die Beurteilung von elastomermodifizierten Bitumen geeignet. Das Verfahren bietet somit auch keine Möglichkeit, um zwischen plastomermodifizierten Bitumen und Straßenbaubitumen zu unterscheiden.

In diesem Zusammenhang spielt bei der Kraftduktilitätsprüfung neben den Prüfparametern die Wahl der Integrationsgrenzen, d. h. der für die Auswertung herangezogenen Bereiche der Kraft-Weg-Kurven eine besondere Rolle, da hiervon der ermittelte Wert für die Formänderungsarbeit abhängt. Während nach TL PmB 2001 [1] die charakteristische Formänderungsarbeit durch Integration der KD-Kurve von Versuchsbeginn bis zur so genannten Mindestduktilität bestimmt wird, gibt die DIN EN 13703 [9] die zwischen 200 und 400 mm Dehnweg verrichtete Arbeit als kennzeichnenden Wert für die Formänderungsarbeit an.

Abweichend von den normativen Vorgaben wurde sich auch schon vielfach mit alternativen Auswertemethoden beschäftigt. So konnte bereits gezeigt werden, dass weder die Auswertung der Formänderungsarbeit bis zum Auftreten des Kraftmaximums ([10], [11]) noch bis zum Bruch der Probe ([10]) zum Erfolg führt; jedenfalls dann nicht, wenn unter Erfolg die Differenzierung zwischen Straßenbaubitumen und PmB zu verstehen ist. Für den ersten Fall ist dies auch nicht weiter überraschend, da sich die Kraftverläufe von modifizierten und nicht modifizierten Bitumen bis zum ersten Kraftmaximum nicht nennenswert voneinander unterscheiden. Kennzeichnend für das Kraftduktilitätsverhalten von polymermodifizierten Bitumen ist ein gegenüber dem Straßenbaubitumen höheres Niveau der Duktilitätskraft nach Durchlaufen des Kraftmaximums. Die größeren Maximal-

kräfte hingegen sind sogar oftmals bei den Straßenbaubitumen zu registrieren.

In [12] wurde anhand einer physikalisch-chemischen Interpretation der Kraftduktilitätskurven gezeigt, dass das erste Kraftmaximum maßgeblich von den Eigenschaften des Straßenbaubitumens, also des Grundbitumens, bestimmt wird. Für die zweite Phase lässt sich eine derartig eindeutige Zuordnung infolge der komplexen Überlagerung der physikalischen Eigenschaften von Polymeren und Bitumen zwar nicht vornehmen, allerdings sind doch die Eigenschaften der Polymere für den Verlauf der Kraftduktilitätskurve in der zweiten Phase im Wesentlichen verantwortlich. Aus diesen Erkenntnissen heraus wird eine getrennte Auswertung dieser beiden Phasen empfohlen. Auf dieses Vorgehen bzw. die Möglichkeiten bei der Auswertung wird im Abschnitt 3.2.2 genauer eingegangen.

In Bild 1 sind typische Kraft-Duktilitätsverläufe von verschiedenen polymermodifizierten und nicht modifizierten Bitumen zusammengestellt. Die elastomermodifizierten Bitumen zeichnen sich im Gegensatz zu den plastomer- sowie nicht modifizierten Bitumen durch einen relativ langen Dehnweg mit konstanter bzw. auch ansteigender Kraft bis zu einem 2. Kraftmaximum aus. Dabei kann festgestellt werden, dass sich der Verlauf der Kraftduktilitätskurve des nicht modifizierten Bitumens in ähnlicher Weise, wenn auch mit etwas anderen Kraftmaxima, auch bei den unterschiedlich modifizierten Bitumen wieder finden lässt. So das eine bereits zuvor angesprochene Aufteilung der Kurve in zwei Phasen praktikabel und nachvollziehbar erscheint.

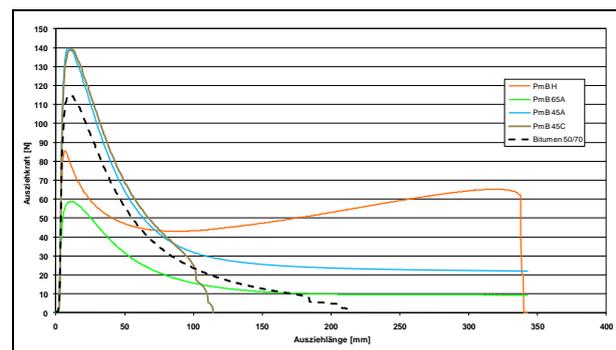


Bild 1: Typischer Verlauf einiger Kraft-Duktilitätskurven von verschiedenen Bitumen

3.2 Einflussfaktoren auf die Kraftduktilitätsprüfung

Die Ergebnisse der Kraftduktilitätsprüfung werden von verschiedenen Faktoren beeinflusst. Bei diesen muss allerdings unterschieden werden zwi-

schen Randbedingungen, die im Rahmen der Versuchsdurchführung variiert werden können, sowie Faktoren, die im Rahmen der Auswertung variiert werden können (z.B. Bereiche der Auswertung) und somit die Ergebnisse beeinflussen.

3.2.1 Einflussparameter bei der Versuchsdurchführung

Bei der Versuchsdurchführung lassen sich die folgenden Parameter variieren:

- Versuchs-/ Ziehgeschwindigkeit
- Prüftemperatur
- Probekörperform

In [10] wurden bereits zur Erarbeitung der Schweizer Norm für polymermodifizierte Bitumen Untersuchungen zur Beurteilung des Einflusses von verschiedenen Prüfparametern (Prüftemperatur, Probekörperformen) auf die Aussagekraft bzw. Ergebnisqualität der Kraftduktilitätsprüfung durchgeführt. Bei diesen Untersuchungen kamen sowohl Standardbitumen sowie elastomer- als auch plastomermodifizierte Bitumen zum Einsatz.

Die Prüfgeschwindigkeit wurde im Rahmen dieser Untersuchung [10] nicht variiert, sondern konform der europäischen Norm mit 50 mm/min konstant gehalten.

Bei der Wahl bzw. Festlegung der Prüftemperatur spielten mehrere Faktoren eine Rolle, die die Aussagekraft bzw. Qualität des Ergebnisses beeinflussen. Zum einen sollte die Temperatur bei der vorgegebenen Prüfgeschwindigkeit nicht zu niedrig sein, da ansonsten ein Großteil der Bitumen, vor allem aber die härten Sorten, zu einem Spröbruch neigen, auf der anderen Seite sollte aber die Temperatur auch nicht zu hoch sein, weil durch ein möglichst hohen Wert des ersten bzw. auch zweiten Kraftmaximums die Reproduzierbarkeit verbessert werden kann und mit zunehmender Prüftemperatur die gemessenen Werte der Kraftmaxima aber abnehmen. Demzufolge wäre eine Prüftemperatur sinnvoll, die möglichst hohe Kräfte bei den Kraftmaxima gewährleistet, ohne dass der Probekörper seine duktilen Eigenschaften verliert.

Im Rahmen der Untersuchungen von [10] konnte gezeigt werden, dass sowohl das elastomermodifizierte Bitumen als auch das Standardbitumen eine lineare Abhängigkeit von der Temperatur zeigen, wobei bereits eine Änderung der Temperatur von 2 K einen wesentlichen Einfluss auf die errechnete Energie hat. In der Europäischen Normung werden 5°C sowie 10°C als Prüftemperaturen vorgeschlagen, während in der DIN (z.B. [17])

die Temperaturen 7°C und 13°C verwendet werden bzw. wurden.

In [10] wurde weiterhin auch der Einfluss der unterschiedlichen derzeit verwendeten Probekörperformen untersucht. Dabei wurden die folgenden vier unterschiedlichen Probekörperformen in die Untersuchungen einbezogen:

- Form mit geradem Steg gemäß der DIN EN 13589 [6],
- Form mit verjüngtem Steg gemäß DIN 52013 [17]; wird derzeit zur Ermittlung der elastischen Rückstellung nach der DIN EN 13398 [8] verwendet,
- Form die als H2 bezeichnet wird und beim Versuch „Essai de traction directe“ gemäß LCPC zur Herstellung der Probekörper bei der Bestimmung der Streckeigenschaften der Bitumen mit dem Zugprüfverfahren [5] eingesetzt wird
- Form gemäß des aus dem SHRP bekannten „Direct Tension Test“, welche auch einen geraden Steg aufweist.

Die als H2 bezeichnete Form erwies sich bei allen geprüften Bitumen aufgrund der nahezu gleichen Maximalkraft als zu wenig selektiv und somit ungeeignet. Bei der Form mit verjüngtem Steg gemäß DIN 52013 [17] bzw. DIN EN 13398 [8] zeigten sich zwar die größten Maximalkräfte, allerdings zerbrachen bei dieser Form einige Probekörper bereits vor der Prüfung. Des Weiteren war eine Beurteilung von plastomer-modifizierten Bitumen mit diesen beiden Probekörperformen (H2-Form und Form mit verjüngtem Steg) nicht möglich. Die Form des „Direct Tension Test“ wird ebenso wie die H2-Form aufgrund von Problemen beim Umgang mit den Formen im Laboratorium nicht weiter betrachtet, obwohl damit die größte Spreizung bzgl. der Energie zwischen elastomermodifizierten Bitumen und Standardbitumen erreicht wurde. Aufgrund der Ergebnisse aus [10] wurde die Form mit geradem Steg gemäß DIN EN 13589 [6] für die weitere Anwendung im Rahmen der Normung empfohlen. Mit dieser Form wurden im Rahmen der Untersuchungen auch bei fast allen untersuchten Bitumen die größten Energien ermittelt. Des Weiteren konnten auch sehr harte Bitumen bei der Prüftemperatur von 5°C geprüft werden, während bei der Form mit verjüngtem Steg bei dieser Prüftemperatur oft Brüche der Proben bereits vor Versuchsbeginn zu verzeichnen waren.

3.2.2 Einflussparameter bei der Versuchsauswertung und der Beurteilung der Ergebnisse der Kraftduktilitätsprüfung

Im Rahmen der Versuchsauswertung wurden in verschiedenen Untersuchungen bereits einige der folgenden Faktoren berücksichtigt sowie könnten bei weiteren Untersuchungen bei der Auswertung und Beurteilung herangezogen werden:

- Kraftmaximum (erstes und ggf. zweites)
- Kurvenverlauf (Art) – vgl. Bild 1
- Berechnung der Energie bis zum Bruch der Probe
- Berechnung der Energie bis zu einer definierten Ausziehlänge
- Berechnung der Energie in einem definierten Abschnitt (z.B. gemäß DIN EN 13703)
- Berechnung der Energie bis zum Kraftmaximum
- Verhältniswerte der ermittelten Energie bestimmter Abschnitte

Ebenso sind bei der Auswertung und Beurteilung der Ergebnisse auch die Prüfparameter (z.B. Temperatur, Probekörperform) von Interesse, denn bei Verwendung des Probekörpers mit verjüngtem Steg nach DIN EN 13398 [8] (*im Bild als Form I bezeichnet*) ist das erste Kraftmaximum wesentlich höher als bei Verwendung der Probekörper mit geradem Steg nach DIN EN 13589 [6] (*im Bild als Form II bezeichnet*) (vgl. **Bild 2**), allerdings weist dieser Probekörper (DIN EN 13589 [6]) aber auch im Vergleich dazu eine wesentlich größere Ausziehlänge auf (vgl. **Bild 3**).

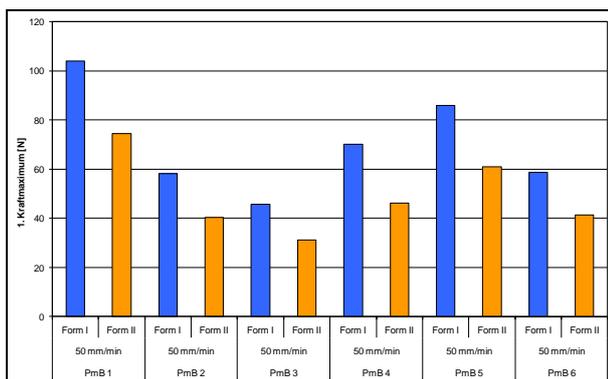


Bild 2: Höhe des 1. Kraftmaximums in Abhängigkeit von der verwendeten Probekörperform (Temperatur 10°C)

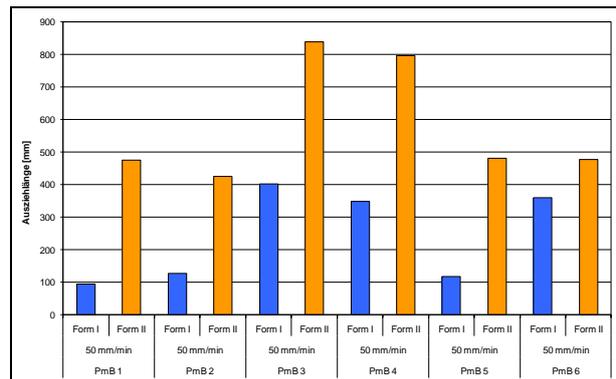


Bild 3: Ausziehlängen der Probekörper in Abhängigkeit von der verwendeten Probekörperform (Temperatur 10°C)

In den TL PmB [1] wird die Formänderungsarbeit durch Integration der KD-Kurve von Versuchsbeginn bis zur so genannten Mindestduktilität bestimmt. Im Gegensatz dazu erfolgt die Berechnung der Formänderungsarbeit in der DIN EN 13703 [9] sowie den TL Bitumen-StB [16] als flächenbezogene Formänderungsarbeit im Bereich von 200 bis 400 mm Dehnweg (vgl. Bild 4), somit wird das erste Kraftmaximum, welches hauptsächlich durch das Grundbitumen beeinflusst wird, nicht berücksichtigt. Dadurch ist auf einfache Weise eine Unterscheidung zwischen (elastomer-) modifizierten und Standardbitumen möglich, denn die Formänderungsarbeit ist bei den nicht-modifizierten Bitumen geringer als bei den modifizierten Bitumen, wenn die Auswertung in diesem definierten Abschnitt erfolgt.

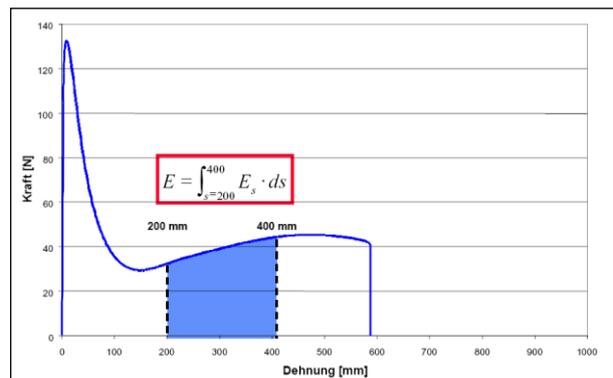


Bild 4: Auswertung der Kraftduktilitätskurven gemäß DIN EN 13703, [12]

Diese Form der Auswertung nach der DIN EN 13703 [9] ist auch gemäß den TL Bitumen-StB 07 [19] durchzuführen. Allerdings sind für die Polymermodifizierten Bitumen in Abhängigkeit von der Viskosität unterschiedliche Prüftemperaturen angegeben bei der die geforderten Formänderungsarbeiten geprüft bzw. nachgewiesen werden müssen. Bei dem PmB 120A (120/200-40 A) beträgt die Prüftemperatur beispielsweise 0°C, während beim PmB 25A/C (10/40-65 A/C) die Prüftempera-

tur 10°C beträgt. Bei den anderen polymermodifizierten Bitumen (PmB 45A/C, PmB 65A/C und PmB 45/100-65H) beträgt die Prüftemperatur zur Bestimmung der Formänderungsarbeit jeweils 5°C.

Im Rahmen von erweiterten Auswertungen der Kraftduktilitätskurven wurde bisher auch versucht die Kurve in zwei Bereiche einzuteilen sowie die Energie der jeweils zugehörigen Flächen zu berechnen und einen Quotienten der beiden Teilflächen zugehörigen den Energien zu ermitteln (vgl. Bild 5) [12]. Bei dieser Auswertung repräsentiert die Phase I die Fläche im Bereich des ersten Kraftmaximums und während die Phase II die restliche Fläche bis zum Probenriss abdeckt. Diese Aufteilung ist auch insofern sinnvoll, da die Phase I hauptsächlich durch das Grundbitumen bestimmt wird, während der weitere Verlauf der Kurve nach dem ersten Kraftmaximum überwiegend von den eingesetzten Polymeren im Bitumen beeinflusst wird.

Eine weitere Möglichkeit stellt auch die Berücksichtigung der Querschnittsänderung des Probekörpers während der Prüfung und somit die Berechnung der „wahren Spannung“ dar [12]. Mit dieser „wahren“ Spannungs-Dehnungskurve ist auch die Bestimmung des Elastizitätsmoduls möglich. Allerdings ist eine genaue Erfassung der Querschnittsänderung, besonders bei der Probekörperform mit dem verjüngten Querschnitt, sehr aufwendig und somit wahrscheinlich in der Praxis nicht umsetzbar.

In **Bild 6** sind die „wahren“ Spannungs-Dehnungskurven unter Berücksichtigung der Querschnittsänderung über die Ausziehlänge für eine polymermodifizierte Bitumensorte von zwei unterschiedlichen Herstellern dargestellt.

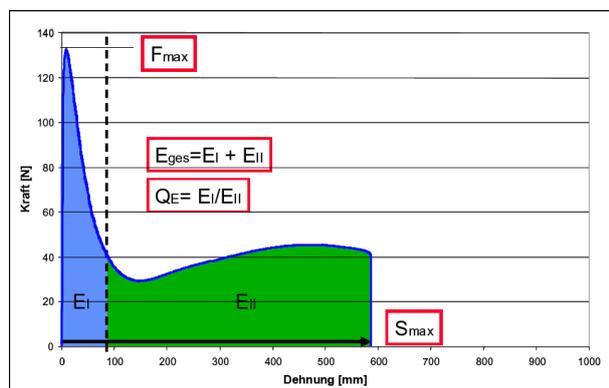


Bild 5: Erweiterte Auswertung von Kraftduktilitätskurven [12]

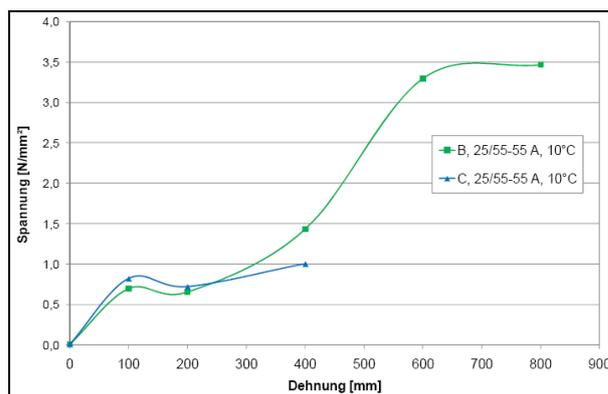


Bild 6: Spannungs-Dehnungsverlauf von zwei PmB 25/55-55A unterschiedlicher Hersteller bei Berücksichtigung der Querschnittsänderung [27]

3.3 Einflüsse des Bitumens auf die Ergebnisse der Kraftduktilitätsprüfung

Wie bereits gezeigt, haben die untersuchten Bitumen nicht nur auf den Verlauf der Kraftduktilitätskurve (vgl. Bild 1), sondern auch demzufolge auf die berechnete Energie einen erheblichen Einfluss. Allerdings ist nach den Untersuchungen aus [10] auch die Unterscheidung zwischen einem Standardbitumen und einem plastomer-modifizierten Bitumen anhand der standardmäßig berechneten Energien kaum möglich, so dass derzeit nur die eindeutige Differenzierung zwischen nicht modifizierten und elastomer-modifizierten Bitumen mit der standardmäßigen Auswertung der Ergebnisse der Kraftduktilitätsprüfung möglich ist.

Auch eine Unterscheidung der verschiedenen Sorten von elastomer-modifizierten Bitumen ist momentan nicht zweifelsfrei möglich.

4 Prüfverfahren

4.1 Allgemeines

In diesem Abschnitt werden die beiden Prüfverfahren, die im Rahmen dieses Projektes im Mittelpunkt stehen, genauer vorgestellt. Dies ist neben der Kraftduktilitätsprüfung nach DIN EN 13589 [6] (Kapitel 4.2) auch die Rückgewinnung von Bitumen aus Bitumenemulsionen nach DIN EN 13074 [7] (Kapitel 4.3).

4.2 Kraftduktilitätsprüfung

Die Durchführung der Kraftduktilitätsprüfung ist in der DIN EN 13589 [6] beschrieben, während die

Auswertung – Berechnung der Formänderungsarbeit – nach der DIN EN 13703 [9] zu erfolgen hat.

Bei dieser Prüfung wird ein Prüfkörper aus Bitumen in einem thermostatisch geregelten Wasserbad mit einer konstanten Geschwindigkeit bis zu einer Dehnung des Probekörper von 400 mm bzw. 1333% gedehnt und dabei die auftretenden Kräfte in Abhängigkeit vom Dehnweg aufgezeichnet.

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

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

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

Die Probekörperform (s. Bild 7) besteht aus vier Teilen sowie einer Grundplatte, die beiden Seitenteile werden bei der Prüfung entfernt, die beiden Kopfteile verbleiben an der Probe und stellen somit die Verbindung zwischen dem Prüfgerät und der Bitumenprobe dar. Im Gegensatz zu den bisher in Deutschland üblicherweise (z.B. für die elastische Rückstellung) verwendeten Formen mit einem verjüngten Steg verfügen die Formen nach DIN EN 13589 [6] über einen Steg mit konstantem Querschnitt.

Vor der Prüfung sind die Innenseiten der Seitenteile der Formen und die Grundplatte mit Trennmittel so zu beschichten, dass ein Ankleben des Bitumens an der Form vermieden wird. In die so vorbereiteten Probekörper ist eine ausreichende Menge von erwärmten und homogenisierten Bitumen so zu füllen, dass sich an der Oberseite ein konvexer Meniskus bildet. Anschließend sind die Proben für ca. 1h bei Raumtemperatur zu lagern und danach das überschüssige Probenmaterial mit einem Messer so zu entfernen (s. Bild 8), dass das Bitumen mit der Oberkante der Prüfform (s. Bild 9) abschließt. Im Anschluss daran sind die Proben

für (90 ± 10) min im Wasserbad bei der gewählten Prüftemperatur zu temperieren.

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

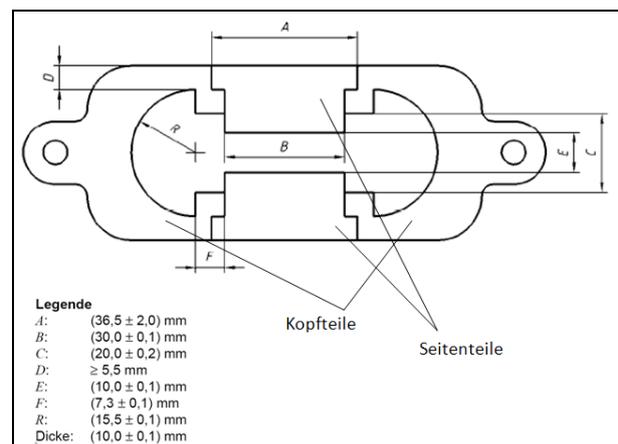


Bild 7: Probekörperform für die Kraftduktilitätsprüfung gemäß DIN EN 13589 (nach [6])



Bild 8: Entfernen der überschüssigen Bitumenmenge (Probekörperform gemäß DIN EN 13398 mit verjüngtem Steg)



Bild 9: Fertig vorbereiteter Probekörper für die Prüfung (DIN EN 13589)

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

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

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

- die den Dehnungen entsprechenden Abszissenachsen;
- die aufgezeichnete Kurve (Kraft gegen Verschiebung);
- eine Parallele zur Ordinatenachse, die durch eine gegebene Dehnung oder durch die Bruchdehnung verläuft (vgl. Bild 10).

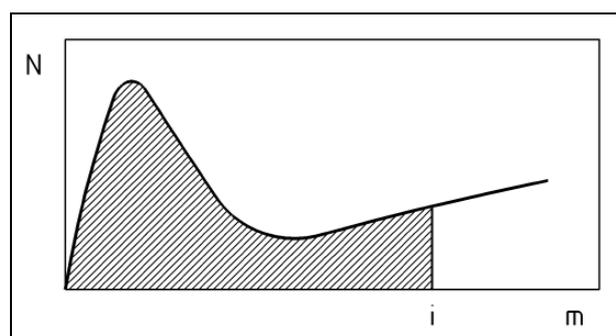


Bild 10: Bestimmung der Formänderungsarbeit – Fläche unter der Kurve

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

4.3 Rückgewinnung von Bitumen aus den Bitumenemulsionen

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

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

Bei Rückgewinnung nach [7] kann bei einer Fläche von 50 x 50 cm, einer aufzutragenden Menge der Bitumenemulsion von 1,5 bis 2,0 kg/m² und einem angenommenen Bindemittelgehalt der Emulsion von 60% von einer rückgewonnenen Bitumenmenge von 225 g bis 300 g ausgegangen werden. Mit dieser Menge können ca. 6 Probekörper für die Kraftduktilitätsprüfung hergestellt werden.

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

5 Untersuchungsplan / Vorgehen

5.1 Allgemeines

Im Rahmen des Projektes war ein möglichst großes Spektrum der marktüblichen polymermodifizierten Bitumen sowie der modifizierten Bitumenemulsionen zu untersuchen, um die gesamte Bandbreite der auf dem Markt befindlichen Produkte abzudecken. Neben der Weiterentwicklung der

Kraftduktilitätsprüfung zur Beurteilung der kohäsiven Eigenschaften von Bitumenprodukten wurde auch die Rückgewinnung der modifizierten Bitumen aus den Bitumenemulsionen durch Verdunstung nach DIN EN 13074 [7] bzw. deren Entwurf [15] näher untersucht.

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

Das im Rahmen des Projektes verwendete Gerät für die Kraftduktilitätsprüfung von der Firma „infra-Test“ besitzt 3 Messstellen, die jeweils mit einer Kraftmessdose (max. 500,00 N, Auflösung: 0,02 N) ausgerüstet sind. Durch die 3 Messstellen können die gemäß DIN EN 13589 [6] erforderlichen drei Probekörper jeweils gleichzeitig geprüft werden. Die mögliche Vorschubgeschwindigkeit beträgt 1-50 mm/min. Diese wird durch einen eingebauten Schrittmotor realisiert. Des Weiteren verfügt das Gerät über einen Schnellantrieb (250 mm/min) der üblicherweise nur für das Zurückfahren der Antriebsplatte in die Ausgangsposition nach Versuchsende verwendet wird.

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

Zusätzlich wurden im Rahmen des Projektes, in Abstimmung mit dem Betreuerkreis, Untersuchungen zum Einfluss der Kurzzeitalterung (RTFOT¹-Verfahren) und anschließende Kraftduktilitätsprüfung unter Berücksichtigung der Parameter (Temperatur, Probekörperform, Ziehgeschwindigkeit), die auch bei den Hauptversuchen verwendet wurden, an vier ausgewählten polymermodifizierten Bitumen sowie vergleichende Kraftduktilitätsprüfungen an 8 verschiedenen Standardbitumen (unterschiedliche Viskosität und Hersteller) durchgeführt. Diese Prüfungen werden im Folgenden als ergänzende Untersuchungen bezeichnet.

Die Festlegung der vier polymermodifizierten Bitumen für die Untersuchung des Einflusses der Kurzzeitalterung erfolgte in Abhängigkeit von den Ergebnissen der Hauptversuche. Dabei sollten möglichst Bitumen gleicher Sorte, aber unter-

schiedlichem Verlauf der Kraftduktilitätskurve näher betrachtet werden.

Zusätzlich wurden an 12 ausgewählten Proben auch chemisch-strukturelle Untersuchungen mittels Gelpermeationschromatographie (GPC-Untersuchungen) durchgeführt, um die Molmassenverteilung einiger polymermodifizierter Bitumen sowohl im unbeanspruchten Zustand als auch nach Kurzzeitalterung zu bestimmen. Hierdurch sind auch Vergleiche zwischen den Ergebnissen der Kraftduktilitätsprüfungen und der Molmassenverteilungen der einzelnen betrachteten Bitumen möglich. Die Auswahl der Proben für die GPC-Untersuchungen erfolgte ähnlich wie bei den ausgewählten Proben für die die Kurzzeitalterung anhand der Ergebnisse in den Hauptversuchen.

5.2 Auswahl der Bitumen und der Bitumenemulsionen

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

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

Die Bestellung und Lieferung der im Rahmen dieses Projektes verwendeten bitumenhaltigen Bindemittel erfolgte vor der Veröffentlichung der TP Bitumen-StB 07 [16] sowie TL BE-StB 07 [19] und somit nach TL PmB [1] sowie den TLPmOB [28] bzw. den TL PmBE-DSK [29]. Aus diesem Grund erfolgt die Bezeichnung der Sorten in den **Tab. 1**

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

und **Tab. 2** noch nach den zum Zeitpunkt der Bestellung gültigen Lieferbedingungen. Nur bei den polymermodifizierten Bitumen in **Tab. 1** werden ergänzend zu den „alten“ auch die „neuen“ Bezeichnungen gemäß TL Bitumen-StB 07 in Klammern angegeben. Aufgrund dessen, dass der Lieferzeitpunkt der Bitumenprodukte vor der Einführung der neuen Regelwerke lag, müssen die Produkte nicht zwangsläufig auch die Anforderungen der derzeit aktuellen Regelwerke [16] und [19] hinsichtlich aller zu prüfender Eigenschaften erfüllen.

Tab. 1: Auswahl der polymermodifizierten Bitumen

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

Tab. 2: Auswahl der modifizierten Bitumenemulsionen

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

5.3 Ergänzende Untersuchungen

Als Erweiterung zu dem ursprünglich vorgesehenen Untersuchungsplan wurden weitere Prüfungen

nur an ausgewählten polymermodifizierten Proben durchgeführt, um den Einfluss der Kurzzeitalterung nach RTFOT-Verfahren gemäß DIN EN 12607-1 auf die unterschiedlichen Kennwerte zu ermitteln. Des Weiteren erfolgten auch Gelpermeationsschromatographie-Untersuchungen (GPC-Untersuchungen) an speziell ausgewählten Proben, um die Molmassenverteilung der polymermodifizierten Bitumen zu bestimmen.

Zusätzlich zu den polymermodifizierten Bitumen wurden auch Standardbitumen von verschiedenen Herstellern in die Untersuchung einbezogen. Da anhand der Kennwerte (speziell: der Kraftduktilitätsprüfung) dieser Bitumen eine „bessere“ Interpretation der Kraftduktilitätskurven von polymermodifizierten Bitumen möglich erschien.

Zur Untersuchung des Einflusses der thermischen Beanspruchung von ausgewählten Bitumenproben auf die Ergebnisse der Kraftduktilitätsprüfung sowie weiterer relevanter Bitumenkenndaten wurden von den 22 polymermodifizierten Bitumen vier Proben einer thermischen Alterung nach dem Verfahren RTFOT (Rolling Thin Film Oven Test) nach DIN EN 12607-1 [23] unterzogen.

Bei diesem Verfahren wird der Einfluss von Hitze und Luft auf einen rotierenden dünnen Bitumenfilm ermittelt. Mit Hilfe dieser Prüfung sollen die Auswirkungen auf eine Bitumenprobe während des Mischvorgangs in einer Asphaltmischanlage simuliert werden. Dieser Alterungsprozess wird auch als Kurzzeitalterung bezeichnet.

Die Bitumenprobe wird bei der Prüfung in 8 kleine Gläschen (je ca. 35 g) aufgeteilt, die während der Beanspruchung einem Luftstrom mit einer Temperatur von 163°C für eine Zeitdauer von 75 min ausgesetzt werden.

Für die thermische Beanspruchung wurden zwei PmB 45A und zwei PmB 40/100-65H von jeweils unterschiedlichen Herstellern, aufgrund des unterschiedlichen Kurvenverlaufs bei der Kraftduktilitätsprüfung, ausgewählt. Eines der beiden PmB 45A weist bei der Kraftduktilitätsprüfung ein zweites Kraftmaximum auf (PmB 08), während bei dem anderen die Kraft kontinuierlich bis zum Probenriss abnimmt (PmB 13) ohne dass sich ein zweites Kraftmaximum einstellt. Des Weiteren unterscheiden sich die Verläufe der beiden Bitumen auch im Wert des ersten Kraftmaximums (vgl. **Bild 11**). Die Kraftduktilitätsprüfungen wurden mit der Probekörperform II (Form mit geradem Steg) bei einer Temperatur von 5°C und einer Ziehgeschwindigkeit von 50 mm/min durchgeführt.

Im Gegensatz dazu unterscheiden sich die beiden PmB 40/100-65H (PmB 16 und PmB 21) nur hinsichtlich des Niveaus der aufgezeichneten Kräfte, der Verlauf der Kräfte ist nahezu parallel (vgl. **Bild 12**). Beide Bitumenproben zeigen bei der Kraftduktilitätsprüfung ein zweites Kraftmaximum bei dem sich auch der Riss der Probe einstellt. Auch diese Kraftduktilitätsprüfungen wurden mit der Probekörperform II (Form mit geradem Steg) bei einer Temperatur von 5°C und einer Ziehgeschwindigkeit von 50 mm/min durchgeführt.

In **Bild 11** und **Bild 12** sind jeweils für die beiden Bitumenproben die gemittelten Werte der drei geprüften Einzelproben dargestellt.

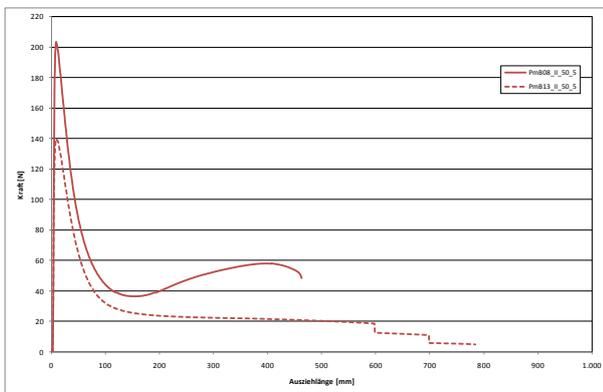


Bild 11: Verlauf der KD-Kurven der beiden PmB 45A (PmB08 und PmB13)

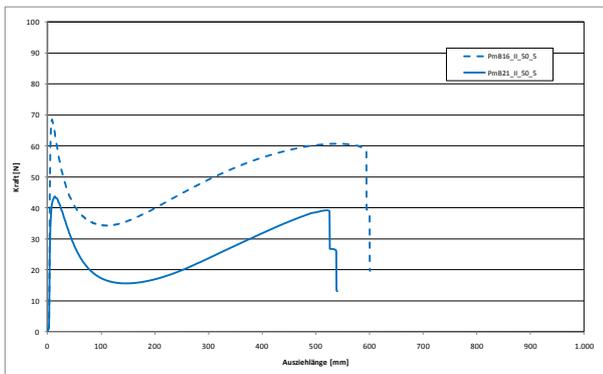


Bild 12: Verlauf der KD-Kurven der beiden PmB 40/100-65H (PmB16 und PmB21)

Im Rahmen der chemisch-strukturellen Untersuchungen wurden an insgesamt 12 unterschiedlichen Bitumenproben GPC-Untersuchungen durchgeführt. Dabei wurden jeweils Proben der am häufigsten eingesetzten Bitumen (PmB 25A, PmB 45A und PmB 40/100-65H) von vier unterschiedlichen Herstellern einbezogen. An den vier Bitumenproben die der thermischen Alterung nach dem RTFOT-Verfahren unterzogen wurden, wurden sowohl im Originalzustand als auch im gealterten Zustand die GPC-Untersuchungen durchgeführt. Somit ist ein Vergleich hinsichtlich der Ände-

rung der Kraftduktilitätskurven und der Molmassenverteilung der Bitumenproben möglich.

Die geprüften Bitumen sind gemeinsam mit dem jeweiligen „Alterungszustand“ in **Tab. 3** zusammengestellt.

Tab. 3: Bitumenproben für die GPC-Untersuchungen

| Bitumenbezeichnung | Sorte | Alterungszustand | |
|--------------------|----------------|------------------|--------------|
| | | „frisch“ | „nach RTFOT“ |
| PmB 02 | PmB 45A | X | - |
| PmB 06 | PmB 40/100-65H | X | - |
| PmB 07 | PmB 25A | X | - |
| PmB 08 | PmB 45A | X | X |
| PmB 12 | PmB 25A | X | - |
| PmB 13 | PmB 45A | X | X |
| PmB 16 | PmB 40/100-65H | X | X |
| PmB 21 | PmB 40/100-65H | X | X |

Mit der Gelpermeationschromatographie (GPC) wurde die Firma Polymer Standards Service (PSS) in Mainz beauftragt. Die GPC-Messungen wurden im Rahmen dieses Projektes zur Detektion von Unterschieden und Veränderungen durch die RTFOT-Bearbeitung der PmB sowie der darin eingesetzten Polymere im molekularen Bereich verwendet, um anhand dieser Ergebnisse eventuell Rückschlüsse auf den Verlauf bzw. die Änderung der Kraftduktilitätskurven zu ermöglichen.

Mit der Gelpermeationschromatographie werden die Konzentration und die Molmassenverteilung der Polymere bestimmt. Prinzipiell funktioniert das Verfahren wie eine Art Sieblinie auf molekularer Ebene. Die mit Hilfe eines Lösemittels gelösten Moleküle werden durch eine mit Gel gefüllte Chromatographiesäule gepumpt. Da das Gel eine hochporöse Oberfläche besitzt können kleine Moleküle in die Poren hinein diffundieren und benötigen somit eine längere Zeit, um die Säule zu durchwandern, während große Moleküle zuerst am Säulenende austreten, weil sie durch weniger Poren hindurch müssen. Auf diese Weise ist es möglich, Moleküle ihrer Größe nach zu trennen und anschließend zu analysieren. Durch die Analyse können Aussagen über das mittlere Molekulargewicht, die Molekulargewichtsverteilung als auch möglicherweise Aussagen über verzweigte Polymerstrukturen gemacht werden. Die mittlere Molmasse wird dabei über das Maximum der Kurve definiert. Des Weiteren können anhand der Fläche unter der Kurve im Bereich von 60.000 g/mol bis

400.000 g/mol Aussagen über den Polymergehalt gemacht werden. Im Bereich von ca. 10^3 g/mol kann der Anteil der Polaren Verbindungen registriert werden, während die Asphaltene Molekulargewichte von ca. 10^4 g/mol aufweisen.

Von den Standardbitumen wurden insgesamt sieben Proben untersucht. Dabei wurden drei Sorten (30/45, 50/70 und 70/100) von drei Herstellern in die Untersuchungen im Rahmen des Projektes einbezogen. An diesen Proben wurden die Kraftduktilitätsprüfungen bei drei verschiedenen Temperaturen (5°C, 10°C und 15°C), aber nur mit einer Probekörperform (Probekörperform mit geradem Steg (Form II – DIN EN 13589)) und einer Ziehgeschwindigkeit von 50 mm/min durchgeführt.

5.4 Kraftduktilitätsprüfung - Variation der Prüfbedingungen

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

Der Prüfparameter Temperatur wurde 3-fach, beginnend mit einer Prüftemperatur von 5°C gemäß DIN EN 13589 [6] und anschließender Erhöhung um 5 K bzw. 10 K, variiert. Somit betragen die untersuchten Prüftemperaturen 5°C, 10°C und 15°C. Diese stufenweise Erhöhung der Temperatur in Schritten von 5 K ist auch in der europäischen Norm vorgesehen. Allerdings nur, wenn bei der niedrigen Temperatur ein Spröbruch der Bitumenproben bei der Prüfung auftritt. Dabei wird in der Norm davon ausgegangen, dass bei 10°C im Allgemeinen auch bei den harten PmB kein Spröbruch mehr auftritt. In den TL Bitumen-StB [16] ist für die meisten Bitumen (PmB 45A (25/55-55A), PmB 65A (45/80-50A) und PmB 40/100-65A (40/100-65A)) die Prüfung bei 5°C vorgesehen, das PmB 130A (120/200-40A) sollte allerdings bei 0°C und das PmB 25A (10/40-65A) bei 10°C geprüft werden. Gemäß der DIN 52013 [17] erfolgt die Prüfung der Duktilität bei 7°C bzw. 13°C in Abhängigkeit vom Bindemittel, nur das PmB 25A wird bei einer Temperatur von 25°C geprüft. Diese Temperaturen finden im Rahmen dieses Projektes aufgrund der starken Anlehnung an die Europäische Normung (DIN EN 13589 [6]), vor allem hinsichtlich der Temperierung, keine Berücksichtigung.

Im Rahmen dieses Projektes wurde neben der Form zur Prüfung der Kraftduktilität nach DIN EN 13589 [6] mit geradem Steg auch die Form, die zur

Prüfung der elastischen Rückstellung von Bitumen nach DIN EN 13398 [8] verwendet wird, mit dem verjüngtem Querschnitt eingesetzt. Der Grund in der Verwendung der beiden unterschiedlichen Formen ist darin zu sehen, dass in Deutschland die Prüfung der Kraftduktilität bisher stets mit der Form mit dem verjüngtem Querschnitt, wenn auch mit anderen Prüftemperaturen als in der Europäischen Norm, durchgeführt wurde und somit entsprechende Erfahrung vorhanden ist sowie andererseits in der Verwendung möglichst einer einzigen Probenform für die verschiedenen Prüfungen. Des Weiteren sind beide Probekörperformen auch derzeit noch in den Europäischen Normen sowohl für die Prüfung von polymermodifizierten Bitumen als auch Bitumenemulsionen enthalten.

Neben der Variation der Prüftemperatur und der Probekörperform wurde auch die Ziehgeschwindigkeit (2-fach) variiert. Dabei wurden ausgehend von der normkonformen Ziehgeschwindigkeit von 50 mm/min die Prüfungen auch mit einer Geschwindigkeit von 25 mm/min durchgeführt, weil dadurch erwartet wurde, dass trotz einer niedrigen Prüftemperatur von 5°C die Bitumen bei der geringeren Ziehgeschwindigkeit keinen Spröbruch zeigen, der bei den harten Bitumen bei einer Prüftemperatur von 5°C im Allgemeinen auftritt. In aus der Literatur bekannten Untersuchungen [10] wurde auf eine Veränderung der Zuggeschwindigkeit mit der Begründung der gerätetechnischen Machbarkeit immer verzichtet, weil man davon ausgegangen ist, dass die meisten Prüfgeräte nicht in der Lage sind die Ziehgeschwindigkeit zu verändern. Im Rahmen dieses Projektes wurde vorab in einer kleinen Umfrage bei Universitäten und Prüflaboratorien die Veränderbarkeit der Ziehgeschwindigkeit einschließlich des möglichen Bereiches abgefragt. Von den zehn befragten Institutionen konnte bei neun die Ziehgeschwindigkeit verändert werden (stufenlos oder in Stufen). Nur ein Gerät bot keine Möglichkeit, die Ziehgeschwindigkeit zu verändern. Auch die aktuell angebotenen Geräte verschiedener Hersteller sind in der Lage, die Ziehgeschwindigkeit stufenlos zu variieren. Die Untersuchungen wurden aus diesem Grund mit den beiden Prüfgeschwindigkeiten – 50 mm/min und 25 mm/min – durchgeführt.

5.5 Probenvorbereitung / Probenbehandlung

Um eine einheitliche Behandlung der Bitumenproben zu gewährleisten, wurden die von den jeweiligen Herstellern angelieferten ca. 5 kg Eimer vor Beginn der Untersuchungen auf kleinere Dosen

verteilt, um ein häufiges Erwärmen der Proben und somit eine Schädigung des Bitumens zu vermeiden. Da dies wiederum einen Einfluss auf die Ergebnisse der unterschiedlichen Bitumenprüfungen haben könnte.

Dazu wurde das Bitumen im Ofen auf eine Temperatur, die max. 100 K über dem zu erwartenden Erweichungspunkt Ring & Kugel des zu untersuchenden Bitumen liegt, für eine Dauer von ca. 3-4 h gemäß DIN EN 12594 [18] erwärmt. Anschließend wurde das Bitumen unter ständiger Wärmezufuhr für 15 min homogenisiert (s. Bild 13) und auf die Dosen verteilt sowie direkt Proben für die relevanten Bitumenkennwerte, wie beispielsweise Nadelpenetration (NP) und Erweichungspunkt Ring & Kugel (EP RuK), hergestellt.

Die Dosen hatten eine Größe (ca. 250 g (netto)), dass mit deren Inhalt jeweils 6 Proben für die Duktilitätsprüfung gleichzeitig hergestellt werden konnten. Somit konnte auch gewährleistet werden, dass das Bitumen insgesamt nur maximal zweimal erwärmt wird bis es geprüft wird. Die Homogenisierung des in die kleinen Dosen abgefüllten Bitumens erfolgte auf vergleichbare Weise wie bei den größeren Eimern. Auch hier wurden die Dosen gemäß DIN EN 12594 [18] im Ofen für ca. 1 bis 1,5 h auf eine Temperatur, die max. 100 K oberhalb des Erweichungspunktes Ring & Kugel des jeweiligen Bitumenproduktes liegt, erwärmt und anschließend unter ständiger Wärmezufuhr für 15 min homogenisiert (s. Bild 14) und danach in die entsprechenden Probekörperformen gefüllt (s. Bild 15).



Bild 13: Homogenisierung der Proben – Bitumeneimer



Bild 14: Homogenisierung der Proben – Dosen



Bild 15: Herstellung der Proben für die Kraftduktilitätsprüfung

Das im Rahmen der Untersuchungen verwendete plastomer-modifizierte Bitumen, welches mit der Sorte PmB 45C (25/55-55C) vergleichbar war, konnte nicht, wie die anderen PmB direkt von einem Hersteller gebrauchsfertig bezogen werden, sondern musste aus Standardbitumen und Granulat im Laboratorium selber hergestellt werden. Dieses Bitumen wurde gemäß den Angaben des Granulatherstellers aus einem Standardbitumen 50/70 und 5 M.-% des Granulates hergestellt. Dazu wurden für 3000 g Gesamtmasse des plastomer-modifizierten Bitumens (im Folgenden als „PmB 45C“ bzw. „25/55-55C“ bezeichnet) 2850 g Bitumen 50/70 und 150 g Granulat für ca. 30 min bei $180 \pm 5^\circ\text{C}$ verrührt bzw. homogenisiert und anschließend bis zur weiteren Prüfung ebenfalls in kleine Dosen (ca. 250 g (netto)) abgefüllt. Die ermittelten Kennwerte des so hergestellten Bitumens (vgl. **Tab. 9**) lagen innerhalb der vom Hersteller des Granulates vorgegebenen Grenzen bzw. erfüllten die Anforderungen. Somit konnte im Labor ein den Vorgaben entsprechendes plastomer-modifiziertes Bitumen hergestellt und in die Untersuchungen einbezogen werden.

Die Beschreibung der Probenvorbereitung der modifizierten Bitumenemulsionen hinsichtlich Rückgewinnung und weiteren Behandlung für die nachfolgenden Prüfungen erfolgt in Kapitel 6.2.

5.6 Voruntersuchungen

5.6.1 Allgemeines

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

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

bestimmt.

Des Weiteren wurden auch Untersuchungen zur Rückgewinnung der modifizierten Bitumen aus den Bitumenemulsionen durchgeführt sowie einige Vorversuche hinsichtlich der Überprüfung des Ein-

flusses unterschiedlicher Prüfparameter bei der Kraftduktilitätsprüfung, wie Lagerungsdauer der Proben an der Luft und im Wasser, Einfluss der vorhandenen Kraftmessdosen auf die Maximalkraft sowie auf die Ergebnisse der Kraftduktilitätsprüfung, durchgeführt. Zusätzlich wurde neben der Genauigkeit der Abmessungen der Probekörperformen auch die Genauigkeit der Zuggeschwindigkeit des Kraftduktilometers im Rahmen der Vorversuche überprüft. Die Ergebnisse hierzu sind Kapitel 6 dargestellt.

5.7 Probekörperformen

Die verwendeten Probekörperformen (Form mit geradem Steg und Form mit verjüngtem Steg) wurden vor Projektbeginn im Rahmen der Qualitätssicherung hinsichtlich ihrer Abmessungen bzw. der Maßhaltigkeit überprüft. Dabei wurden auch weitere, über die jeweiligen, zu diesen Zeitpunkt gültigen, europäischen Normen hinausgehende, Abmessungen aufgezeichnet (vgl. Tab. 4 und Tab. 5 – zusätzliche Werte sind grau hinterlegt sowie Bild 16 und Bild 17). Alle sechs untersuchten Probekörperformen (drei mit geradem Steg und drei mit verjüngtem Steg) erfüllen die Anforderungen der jeweiligen Norm hinsichtlich der Abmessungen.

Tab. 4: Abmessungen der Probekörperformen – gerader Steg (DIN EN 13589)

| | A: 36,5±2,0 | B: 30,0±0,1 | C: 17,0±0,1 | D: 6,0±0,1 | E: 10,0±0,1 | F | G | H | T |
|---------------|-------------|-------------|-------------|-------------------------|-------------|------------------------|------------------------|------------------------|------|
| Form 1 | 38,01/38,02 | 30,01/30,01 | 17,01/16,95 | 6,02/60,02 6,01/5,97 | 9,95 | 5,02/5,03 4,98/4,95 | 5,99/5,95 6,01/5,98 | 7,43/7,41 7,41/7,42 | 9,96 |
| Form 2 | 38,00/38,01 | 30,04/30,01 | 16,99/17,01 | 6,04/6,01 6,07/6,05 | 9,95 | 5,03/5,03 5,00/5,00 | 5,99/6,01 5,97/5,98 | 7,42/7,43 7,42/7,41 | 9,96 |
| Form 3 | 37,98/38,00 | 29,99/30,03 | 16,99/17,00 | 6,01/6,04 6,01/6,02 | 9,95 | 4,94/5,01 5,06/4,98 | 5,99/5,98 6,00/6,02 | 7,42/7,41 7,43/7,41 | 9,97 |

Tab. 5: Abmessungen der Probekörperformen – verjüngter Steg (DIN EN 13398)

| | A: 10,0±0,2 | B: 20,0±0,2 | C: 30,0±0,3 | D: 7,5±0,2 | R: 15,0±0,2 | T: 10,0±0,1 | F: 10,0±0,2 | I |
|---------------|-------------|-------------|-------------|------------------------|-------------|-------------|-------------|--------|
| Form 1 | 9,97 | 20,01/20,05 | 29,99/29,99 | 7,45/4,48 7,42/7,45 | 15,00/15,00 | 10,00 | 10,19/10,18 | 108,92 |
| Form 2 | 9,96 | 20,05/20,04 | 30,00/30,01 | 7,45/7,46 7,43/7,45 | 15,00/15,00 | 10,00 | 10,18/10,19 | 108,93 |
| Form 3 | 9,98 | 20,06/20,06 | 30,01/30,02 | 7,42/7,47 7,45/7,48 | 15,00/15,00 | 10,00 | 10,19/10,16 | 108,93 |

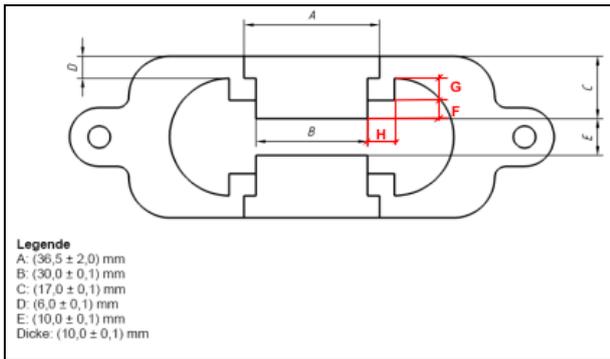


Bild 16: Probekörperform nach DIN EN 13589 mit den Abmessungen

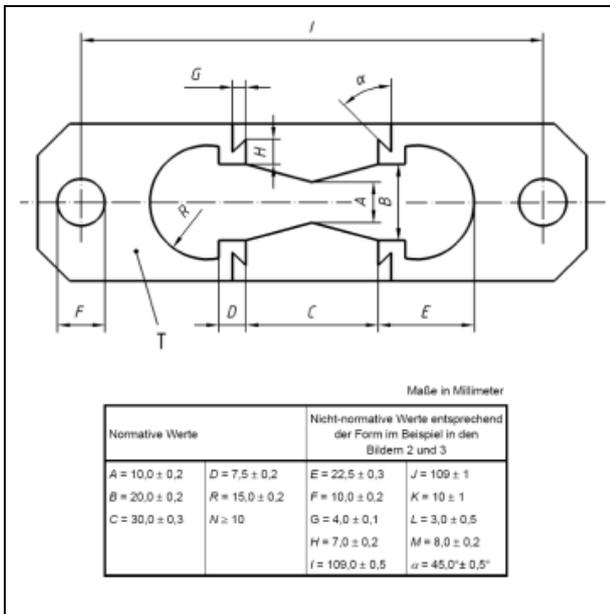


Bild 17: Probekörperform nach DIN EN 13398 mit den Abmessungen

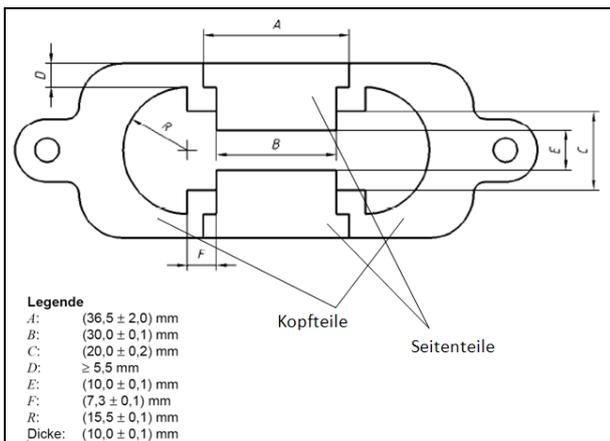


Bild 18: Probekörperform für die Kraftduktilitätsprüfung gemäß DIN EN 13589 (nach [6])

In der aktuellen Version der DIN EN 13589 [6], die erst während der Projektbearbeitung herausgegeben wurde, sind die Probekörperabmessungen genauer definiert als in der Vorgängerversion der

Norm (s. Bild 18). Dadurch sind auch Anforderungen für die Abmessungen „F“, „G“ und „H“ (vgl. Bild 16) in der Norm definiert. Die Abmessung „F“ in Bild 16 wird definiert durch „(C-E)/2“ (nach Bild 18), d.h. die Anforderung für „F“ beträgt ca. 5 mm, welche von allen Formen erfüllt wird. Die Abmessung „G“ in Bild 16 ist definiert als „(R-C)/2“ (nach Bild 18), d.h. die Anforderung beträgt ca. 5,5 mm, diese Anforderung von allen Proben um ca. 0,5 mm überschritten und demnach nicht erfüllt. Die Abmessung „H“ in Bild 16 ist in der Neufassung der Norm als „F“ (vgl. Bild 18) mit einer Anforderung von ca. 7,3 mm definiert. Diese Anforderung wird von allen Probekörperformen unter Ausnutzung der zulässigen Toleranz von ±0,1 mm erfüllt. Die Anforderung an den Radius „R“ der Ausrundung (vgl. Bild 18) in den beiden Kopfteilen wird aufgrund der Überschreitung der Anforderung an die Abmessungen von „G“ in Bild 16 ebenfalls nicht eingehalten und mit ca. 0,5 mm überschritten.

5.8 Probenbezeichnungen

Aufgrund des relativ großen Probenumfangs (35 bitumenhaltige Bindemittel) sowie der unterschiedlichen Prüfparameter war es sinnvoll sowohl für die Probenbezeichnung als auch die Benennung der Dateien bzw. Bezeichnung in den jeweiligen Diagrammen einen Zahlencode einzuführen. Dadurch können die einzelnen Proben einschließlich der geprüften Parameter in einer kompakten Form dargestellt werden. Somit ist für die spätere Auswertung in den Tabellen und Diagrammen eine einheitliche und eindeutige Bezeichnung der einzelnen Proben möglich.

Die Bezeichnung der Proben erfolgte bereits beim Probeneingang und der Probenvorbereitung (Homogenisieren der Proben und Umfüllen in kleinere Dosen). Allerdings wurde zu diesem Zeitpunkt nur das bitumenhaltige Bindemittel durch eine Zahl (vgl. **Tab. 1** und **Tab. 2**) anonymisiert, um bereits zu Beginn der Untersuchungen Verwechslungen der verschiedenen Bitumenprodukte zu vermeiden. Bei den Kraftduktilitätsprüfungen wurde, aufgrund der verschiedenen Parameter, die Bitumenproduktbezeichnung noch um die folgenden Informationen bzgl. der Prüfparameter ergänzt:

- Ziehgeschwindigkeit
- (Prüf-)Temperatur
- Probekörperform

Für die Darstellung des gewählten Zahlencodes ergibt sich dann folgende Kombination:

[Bezeichnung der Bitumen bzw. Bitumenemulsionen]_[Ziehgeschwindigkeit]_[Temperatur]_[Probekörperperform]

Die Bezeichnung der Bitumen sowie der Bitumenemulsionen ist in der **Tab. 1** und der **Tab. 2** enthalten. In der **Tab. 6** bis **Tab. 8** sind die jeweiligen Parameter mit den zugehörigen Zahlencodes aufgelistet.

Tab. 6: Auswahl der polymermodifizierten Bitumen

| Ziehgeschwindigkeit | Code |
|---------------------|------|
| 25 mm/min | 25 |
| 50 mm/min | 50 |

Tab. 7: Auswahl der polymermodifizierten Bitumen

| Temperatur | Code |
|------------|------|
| 5°C | 5 |
| 10°C | 10 |
| 15°C | 15 |

Tab. 8: Auswahl der polymermodifizierten Bitumen

| Probekörperperform | Code |
|--------------------------------|------|
| verjüngter Steg (DIN EN 13398) | I |
| gerader Steg (DIN EN 13589) | II |

6 Ergebnisse der Voruntersuchungen

In den folgenden beiden Abschnitten werden die Ergebnisse der Voruntersuchungen jeweils getrennt für die polymermodifizierten Bitumen sowie die modifizierten Bitumenemulsionen bzw. den daraus zurückgewonnenen modifizierten Bitumen dargestellt. Die Ergebnisse der Kraftduktilitätsprüfungen gemäß DIN EN 13703 werden in Kapitel 8 für alle in die Untersuchung einbezogenen Bitumenprodukte sowie betrachteten Prüfparameter zusammengestellt.

6.1 Bitumenhaltige Bindemittel (polymermodifizierte Bitumen)

Insgesamt wurden 22 polymermodifizierte Bitumen von 6 unterschiedlichen Herstellern sowie dabei insgesamt 8 verschiedene Sorten von polymermodifiziertem Bitumen untersucht.

Die physikalischen Untersuchungsergebnisse, wie Nadelpenetration, Erweichungspunkt Ring und Kugel, aller polymermodifizierten Bitumenprodukte sind in **Tab. 9** zusammengestellt. Die Ergebnisse der Untersuchungen mit dem DSR, komplexer Schubmodul und Phasenverschiebungswinkel bei

den verschiedenen Prüftemperaturen, sind in **Tab. 11** dargestellt.

Für die Messungen mit dem Dynamischen Scherrheometer (DSR) zur Bestimmung des komplexen Schubmoduls als auch des Phasenverschiebungswinkels wurden zuvor „Linearitätsprüfungen“ durchgeführt. Anhand dieser wurde sowohl für die PmB als auch die PmOB eine Soll-Deformation von 0,75% gewählt.

6.2 Modifizierte Bitumenemulsionen

Von den modifizierten Bitumenemulsionen wurden insgesamt 13 Produkte von drei verschiedenen Herstellern und 5 verschiedene Sorten untersucht. Die Rückgewinnung der modifizierten Bitumen aus der Bitumenemulsion erfolgte durch Verdunstung nach DIN EN 13074 [7] sowie nach einem neueren Entwurf dieser Norm [15].

Dazu wurden Bleche (Abmessungen: 40 x 60 cm) mit einem Bogen aus nicht haftendem Papier ausgelegt (s. **Bild 19**) und anschließend die entsprechende Menge an Bitumenemulsion aufgegossen (s. **Bild 20**) und verteilt, so dass der Emulsionsrückstand nach der Verdunstung ca. 1 kg/m² gemäß [15] betrug. Bei der Emulsion U 60 K C2 ergibt sich somit eine Menge der aufzugießenden Emulsion von ca. 400 g bei einer Fläche von 40 x 60 cm.

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

Bereits bei der Lagerung an der Luft war nach einigen Stunden festzustellen, dass schon ein Großteil des Wassers verdunstet war. Nach Lagerung im Laborofen wurden die Bleche auf Raumtemperatur abgekühlt und anschließend für kurze Zeit in einen Kühlschrank gelegt, dadurch ließ sich der Emulsionsrückstand leichter von dem nicht haftenden Bögen lösen (s. **Bild 21**).



Bild 19: Bleche mit Bögen aus nicht haftendem Papier



Bild 20: Aufgießen der Bitumenemulsion



Bild 21: Emulsionsrückstand nach der Verdunstung

Die Rückgewinnung des modifizierten Bitumens erfolgte jeweils gleichzeitig auf drei Blechen. Der Emulsionsrückstand wurde, wie die polymermodifizierten Bitumen, ebenfalls in verschlossene Dosen für die weiteren Untersuchungen verpackt. Von den drei Blechen konnten 6 Dosen mit dem Emulsionsrückstand, allerdings nur mit jeweils ca. 150 g (netto), gefüllt werden. Um ausreichend Material des modifizierten Bitumens (Emulsionsrückstand) für die weiteren Prüfungen zu haben, wurde die Rückgewinnung des modifizierten Bitumens jeweils in drei Chargen durchgeführt.

In [15] ist ein Erwärmen des Emulsionsrückstandes, zur Vorbereitung für die weiteren Prüfungen,

Tab. 9: Physikalische Kennwerte der polymermodifizierten Bitumen

| Sorten | Bezeichnung | Nadelpenetration | Erweichungspunkt Ring & Kugel | Brechpunkt nach Fraaß | Elastische Rück- stellung | Dichte |
|---------|-------------|------------------|----------------------------------|--------------------------|------------------------------|----------------------|
| | | [1/10 mm] | [°C] | [°C] | [%] | [g/cm ³] |
| PmB 25A | PmB 1 | 32 | 68,2 | -6 | 72 | 1,024 |
| | PmB 7 | 27 | 69,6 | -4 | 62 | 1,030 |
| | PmB 12 | 20 | 69,8 | -14 | 70 | 1,047 |
| PmB 45A | PmB 2 | 49 | 59,6 | -10 | 73 | 1,004 |
| | PmB 8 | 33 | 59,8 | -9 | 68 | 1,023 |
| | PmB 13 | 44 | 57,8 | -10 | 73 | 1,026 |
| | PmB 17 | 37 | 61,8 | -1 | 75 | 1,018 |
| | PmB 20 | 43 | 62,0 | -22 | 72 | 1,029 |

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

Die Ergebnisse der Voruntersuchungen, wie Nadelpenetration sowie dem Erweichungspunkt Ring und Kugel, sind für die untersuchten modifizierten Bitumenemulsionen in der **Tab. 10** zusammengestellt. Die Ergebnisse der Untersuchungen mit dem DSR, komplexer Schubmodul und Phasenverschiebungswinkel bei den verschiedenen Prüftemperaturen sind in **Tab. 12** dargestellt.

Die Ergebnisse dienen auch gleichzeitig zur Überprüfung der Qualität des Emulsionsrückstandes bzw. der Rückgewinnung.

| Sorten | Bezeichnung | Nadelpenetration [1/10 mm] | Erweichungspunkt Ring & Kugel [°C] | Brechpunkt nach Fraaß [°C] | Elastische Rück- stellung | | Dichte [g/cm³] |
|-----------------|-------------|-------------------------------|--|----------------------------------|------------------------------|--|-------------------|
| | | | | | [%] | | |
| PmB 65A | PmB 3 | 68 | 52,0 | -12 | 68 | | 1,002 |
| | PmB 9 | 66 | 51,2 | -14 | 57 | | 1,016 |
| | PmB 14 | 71 | 49,8 | -10 | 67 | | 1,014 |
| PmB 130A | PmB 15 | 151 | 45,2 | -19 | 84 | | 1,009 |
| | PmB 18 | 96 | 49,2 | -12 | 64 | | 1,009 |
| PmB 40/100-65H | PmB 6 | 47 | 99,0 | -16 | 79 | | 1,011 |
| | PmB 11 | 70 | 77,2 | -20 | 95 | | 1,026 |
| | PmB 16 | 62 | 70,8 | -14 | 91 | | 1,018 |
| | PmB 19 | 65 | 85,0 | -15 | 96 | | 1,018 |
| | PmB 21 | 72 | 77,2 | -22 | 96 | | 1,015 |
| PmB 45A- WMM | PmB 5 | 38 | 75,6 | -12 | 66 | | 1,007 |
| | PmB 10 | 29 | 85,0 | -8 | 58 | | 1,030 |
| PmB 45A-AG | PmB 4 | 48 | 63,8 | -10 | 73 | | 1,011 |
| PmB 45C | PmB 22 | 35 | 62,4 | -7 | (15) | | 1,027 |

Tab. 10: Physikalische Kennwerte des Emulsionsrückstandes der PmOB

| Sorten | Bezeichnung | Nadelpenetration [1/10 mm] | Erweichungspunkt Ring & Kugel [°C] | Brechpunkt nach Fraaß [°C] | Elastische Rück- stellung | | Dichte [g/cm³] |
|-------------------|-------------|-------------------------------|--|----------------------------------|------------------------------|------|-------------------|
| | | | | | [%] | | |
| | | | | | 10°C | 25°C | |
| U 60 K C1 | PmOB 7 | 144 | 43,4 | -16 | 44 | 31 | 1,007 |
| | PmOB 12 | 166 | 41,0 | -18 | 52 | 36 | 1,017 |
| | PmOB 15 | 81 | 51,0 | -6 | 55 | 60 | 1,020 |
| U 60 K C2 | PmOB 2 | 70 | 50,8 | -13 | 67 | 32 | 1,006 |
| | PmOB 8 | 71 | 50,4 | -11 | 50 | 28 | 1,027 |
| | PmOB 13 | 56 | 53,4 | -9 | 67 | 41 | 1,003 |
| | PmOB 16 | 100 | 47,2 | -13 | 55 | 41 | 1,022 |
| U 70 K C1 | PmOB 9 | 97 | 49,6 | -17 | 63 | 71 | 1,022 |
| | PmOB 14 | 171 | 41,0 | -18 | 51 | 32 | 1,017 |
| | PmOB 17 | 107 | 47,0 | -13 | 54 | 44 | 1,019 |
| U 70 K C2 | PmOB 10 | 88 | 51,8 | -15 | 68 | 77 | 1,031 |
| U 70 K C1-„VF“ | PmOB 11 | 131 | 45,2 | -19 | 50 | 27 | 1,015 |
| | PmOB18 | 147 | 43,4 | -13 | 55 | 42 | 1,015 |

Tab. 11: Rheologische Kennwerte der polymermodifizierten Bitumen

| Sorten | Bezeichnung | Komplexer Schubmodul [Pa] | | Phasenverschiebungswinkel [°] | |
|----------------|-------------|---------------------------|------|-------------------------------|------|
| | | 30°C | 90°C | 30°C | 90°C |
| PmB 25A | PmB 1 | 665000 | 726 | 53,7 | 76,0 |
| | PmB 7 | 1500000 | 652 | 54,8 | 81,3 |
| | PmB 12 | 1545000 | 1025 | 56,1 | 79,1 |
| PmB 45A | PmB 2 | 287000 | 307 | 63,1 | 78,8 |
| | PmB 8 | 990500 | 396 | 61,6 | 83,3 |
| | PmB 13 | 530000 | 309 | 65,8 | 84,7 |
| | PmB 17 | 637500 | 471 | 66,4 | 79,7 |
| | PmB 20 | 567500 | 418 | 57,0 | 82,8 |
| PmB 65A | PmB 3 | 236000 | 156 | 67,1 | 83,5 |
| | PmB 9 | 248500 | 141 | 67,7 | 88,1 |
| | PmB 14 | 153000 | 106 | 75,6 | 86,4 |
| PmB 130A | PmB 15 | 45600 | 59 | 73,1 | 88,4 |
| | PmB 18 | 134500 | 89 | 72,0 | 86,8 |
| PmB 40/100-65H | PmB 6 | 285000 | 1270 | 53,6 | 47,9 |
| | PmB 11 | 148000 | 382 | 63,1 | 60,4 |
| | PmB 16 | 191000 | 508 | 64,0 | 71,7 |
| | PmB 19 | 189500 | 430 | 64,7 | 57,4 |
| | PmB 21 | 195500 | 443 | 57,7 | 67,6 |
| PmB 45A-WM | PmB 5 | 517500 | 644 | 57,9 | 70,7 |
| | PmB 10 | 741000 | 839 | 57,9 | 67,1 |
| PmB 45A-AG | PmB 4 | 315000 | 266 | 66,9 | 77,5 |
| PmB 45C | PmB 22 | 722000 | 431 | 54,8 | 82,3 |

Tab. 12: Rheologische Kennwerte des Emulsionsrückstandes der PmOB

| Sorten | Bezeichnung | Komplexer Schubmodul [Pa] | | Phasenverschiebungswinkel [°] | |
|-----------|-------------|---------------------------|------|-------------------------------|------|
| | | 30°C | 90°C | 30°C | 90°C |
| U 60 K C1 | PmOB 7 | 61150 | 48 | 71,1 | 89,9 |
| | PmOB 12 | 36900 | 36 | 73,7 | 88,7 |
| | PmOB 15 | 165000 | 118 | 70,5 | 82,0 |
| U 60 K C2 | PmOB 2 | 164500 | 137 | 67,9 | 84,9 |
| | PmOB 8 | 204000 | 144 | 66,3 | 88,2 |
| | PmOB 13 | 320000 | 188 | 67,3 | 87,7 |
| | PmOB 16 | 124500 | 117 | 71,9 | 83,3 |

| Sorten | Bezeichnung | Komplexer Schubmodul [Pa] | | Phasenverschiebungswinkel [°] | |
|---|-------------|---------------------------|------|-------------------------------|------|
| | | 30°C | 90°C | 30°C | 90°C |
| U 70 K C1 | PmOB 9 | 140500 | 85 | 62,4 | 85,5 |
| | PmOB 14 | 44900 | 42 | 74,5 | 88,0 |
| | PmOB 17 | 105400 | 110 | 71,5 | 82,7 |
| U 70 K C2 | PmOB 10 | 133500 | 121 | 64,2 | 81,2 |
| U 70 K C1 _n -VF ⁿ | PmOB 11 | 77750 | 76 | 70,1 | 85,7 |
| | PmOB 18 | 59950 | 72 | 72,9 | 83,7 |

6.3 Kraftduktilitätsprüfung – Überprüfung des Duktilometers

Um den Einfluss von verschiedenen Parametern, wie Lagerungsdauer der Proben in Luft und im Wasserbad, Genauigkeit der Ziehgeschwindigkeitsregelung, vor dem Beginn der Untersuchungen zu klären, wurden einige Proben hergestellt und entsprechend der Untersuchungsziele geprüft.

6.3.1 Kraftmessdosen

Im Rahmen der Vorversuche wurde auch der Einfluss der Kraftmessdosen überprüft, dass bedeutet, ob die Ergebnisse der drei Kraftmessdosen bei Prüfung eines Bitumens miteinander vergleichbar sind.

Dazu wurden je verwendeter Prüfkörperform (verjüngter Steg – Form I; gerader Steg – Form II) drei Proben hergestellt, die jeweils 1h im Luft- und 1h im Wasserbad bei einer Temperatur von 10°C gelagert wurden. Die Ziehgeschwindigkeit betrug für alle Proben 50 mm/min.

Von den drei Proben mit dem geraden Steg (Form II) ist eine beim Einbauen in das Duktilometer zerbrochen, aus diesem Grund stehen hier nur die Daten von zwei Proben zur Verfügung.

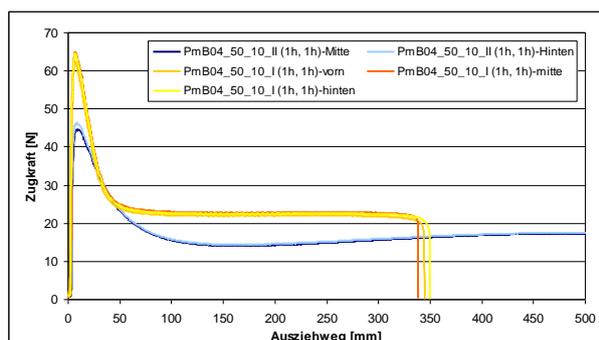


Bild 22: Einfluss der Kraftmessdosen – Verlauf der KD-Kurven

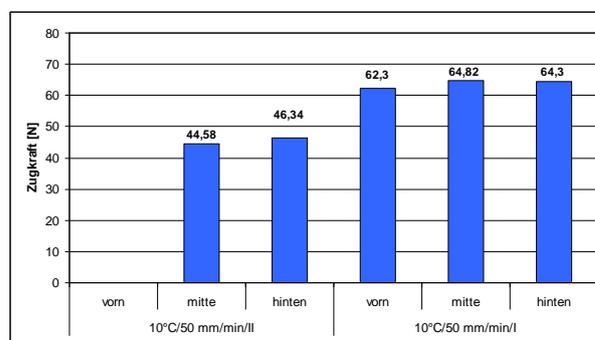


Bild 23: Einfluss der Kraftmessdosen – aufgezeichnete Maximalkraft

Anhand von **Bild 22** und **Bild 23** lässt sich gut erkennen, dass die Präzision der Kraftmessdosen keinen wesentlichen Einfluss auf den Wert der Maximalkraft sowie auch den Kurvenverlauf, d.h. die aufgezeichnete Kraft über den Dehnweg (Ausziehlänge), haben. Wobei allerdings auch in den beiden Bildern schon der Einfluss der Probekörperform sowohl auf den Kurvenverlauf als auch auf die Maximalkraft deutlich zu erkennen ist.

6.3.2 Ziehgeschwindigkeit

Im Rahmen dieses Parameters wurde die Genauigkeit der Ziehgeschwindigkeitsregelung des Duktilometers genauer betrachtet. Dazu sind in **Bild 24**, **Bild 25** und **Bild 26** die Ergebnisse bzw. gemessenen Dehnungen bei sechs unterschiedlichen Versuchen der SOLL-Ziehgeschwindigkeit von $(50 \pm 2,5)$ mm/min [6] gegenübergestellt. In **Bild 24** ist ein Bereich bis zu einer Zeit von 500 s dargestellt, wobei hier aufgrund der Auflösung kein Unterschied zwischen SOLL und IST zu erkennen ist. Im **Bild 25** sind nur die ersten 10 s der Anfahrphase dargestellt, hier ist bereits ein Unterschied zwischen SOLL und IST festzustellen, der aber unabhängig von der Ausziehzeit zur SOLL-

Ziehgeschwindigkeit konstant bleibt. Allerdings wird innerhalb der ersten Sekunde der Kraftduktilitätsprüfung ein größerer Weg als in der Norm vorgesehen zurückgelegt. Der Unterschied zwischen dem SOLL- und dem IST-Ausziehweg beträgt zu diesem Zeitpunkt etwa 0,7 s. Im weiteren Verlauf bleibt die Ziehgeschwindigkeit konstant, so dass unter Berücksichtigung der zulässigen Toleranz der Ziehgeschwindigkeit von $\pm 2,5$ mm/min nach einer Prüfdauer von etwa 20 s der Ausziehweg der Prüfmaschine dem der Norm entspricht.

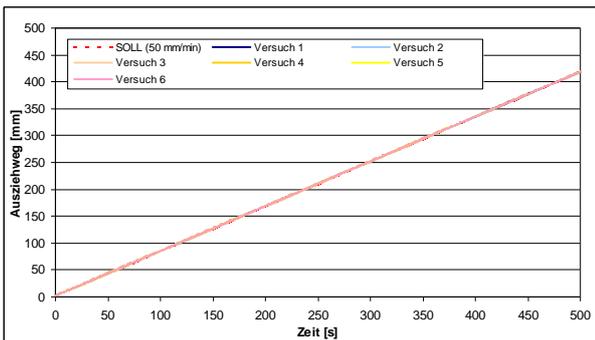


Bild 24: Genauigkeit der Ausziehgeschwindigkeit (t = 500 s) – SOLL: (50±2,5) mm/min

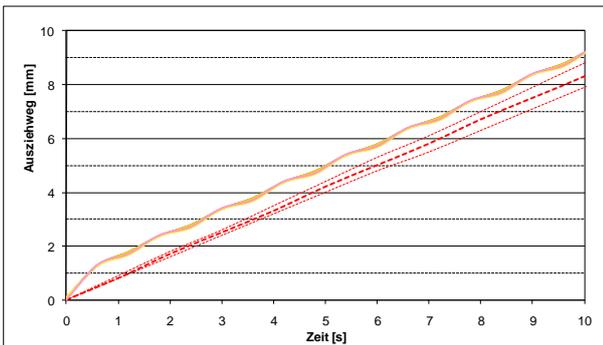


Bild 25: Genauigkeit der Ausziehgeschwindigkeit (t = 10 s (Anfahrphase)) – SOLL: (50±2,5) mm/min

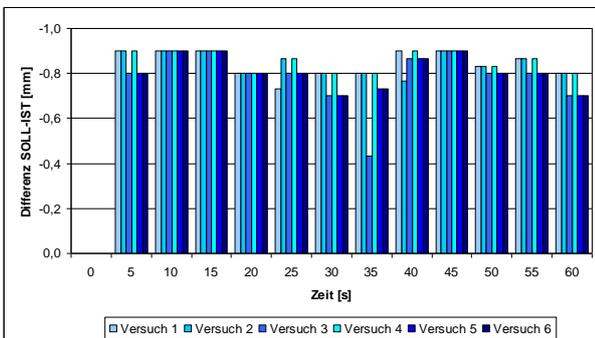


Bild 26: Genauigkeit der Ausziehgeschwindigkeit – Vergleich SOLL – IST ((50±2,5) mm/min)

Die Differenz zwischen dem SOLL-Weg und dem tatsächlich gemessenen Weg betrug im Mittel ca. -0,8 mm (vgl. **Bild 26** über eine Dauer von 60 s) bezogen auf die Ausziehgeschwindigkeit von 50 mm/min, das heißt, dass im Bereich der An-

fahrphase innerhalb der ersten Sekunden die Ziehgeschwindigkeit minimal höher als in der Norm vorgeschrieben war, aber für die restliche Prüfdauer konstant blieb. Die Soll-Ziehgeschwindigkeit von (50±2,5) mm/min wird, bis auf in der Anfahrphase von ca. 1 s, durch das Gerät eingehalten.

In der Norm [6] existieren allerdings auch keine Anforderungen hinsichtlich der Anfahrgeschwindigkeit bzw. der Genauigkeit der Geschwindigkeitsregelung innerhalb der ersten Sekunde. In der DIN EN 13589 dem Abschnitt 5.1.1.1 wird hinsichtlich der Prüfeinrichtung bzw. der Antriebseinrichtung lediglich die folgende Aussage gemacht: „Die Antriebseinrichtung muss eine konstante Geschwindigkeit der beweglichen Elemente von (50 ± 2,5) mm/min beibehalten können.“ [6]

6.4 Kraftduktilitätsprüfung – Einfluss der Temperierdauern

6.4.1 Lagerung der Proben

Hinsichtlich des Einflusses der Probenlagerung wurde sowohl der Einfluss der Dauer der Lagerung im Wasserbad als auch an der Luft untersucht. Der Hintergrund hierfür war eine einheitliche Probenvorbereitung im Rahmen des Projektes, da von jedem Bitumen mit den verschiedenen Parametern jeweils 3 Proben in der Form mit verjüngtem Steg sowie 3 Form in der Form mit geradem Steg geprüft werden sollten, aber nur drei Proben gleichzeitig geprüft werden konnten. Ziel war es diese 6 Proben trotzdem nahezu zeitgleich herzustellen und durch unterschiedliche Lagerungsdauern im Wasser- und/oder Luftbad, wenn deren Einfluss vernachlässigbar ist, direkt nacheinander zu prüfen. Des Weiteren wurde in der Fassung von 2003 der DIN EN 13589 noch eine Lagerungsdauer im Wasserbad von 1 h aber nicht länger als 1h und 30 min angegeben, während in den folgenden Entwürfen sowie auch der Fassung von 2008 die Lagerungsdauer im Wasserbad einheitlich auf (90±10) min geregelt wurde. Die Lagerung im Luftbad bzw. bei Raumtemperatur wurde in allen Fassungen einheitlich auf 1 h festgelegt.

Für diese Vorversuche wurden jeweils drei Probekörper mit dem geraden Steg sowie auch mit dem verjüngten Steg mit den folgenden Parametern gelagert und geprüft:

- Probe 1: 1h Raumtemperierung
1h Wassertemperatur
- Probe 2: 1h Raumtemperierung
2h Wassertemperatur
- Probe 1: 1,5h Raumtemperierung
2h Wassertemperatur

Die Wassertemperatur betrug bei diesen Prüfungen jeweils 10°C und die Ziehgeschwindigkeit 50 mm/min. Für die Prüfungen wurde immer dieselbe Position im Duktilometer und somit auch immer dieselbe Kraftmessdose verwendet.

In **Bild 27** ist der Einfluss der unterschiedlichen Temperierdauern auf die jeweils aufgezeichneten Maximalkräfte (1. Kraftmaximum) dargestellt. Hierbei ist zu erkennen, dass der Einfluss der längeren Wassertemperatur größer ist, als der infolge der längeren Lufttemperierung, als auch durch die Verwendung der unterschiedlichen Kraftmessdosen. Aus diesem Grund wird im Rahmen des Projektes stets auf eine genaue Einhaltung der Temperierzeiten im Wasserbad - festgelegt auf 90 min gemäß der DIN EN 13589 - geachtet, da bei diesem Parameter anhand der Ergebnisse der Vorversuche bei Veränderungen ein größerer Einfluss auf das Prüfergebnis erwartet wird, als bei Veränderungen bei der Dauer der Luftbadtemperierung (vgl. **Bild 27**). Diese wird während des gesamten Versuchsprogramms aber für den jeweiligen Probekörpertyp (gerader Steg und verjüngender Steg) konstant gehalten (1h bzw. 1,5h).

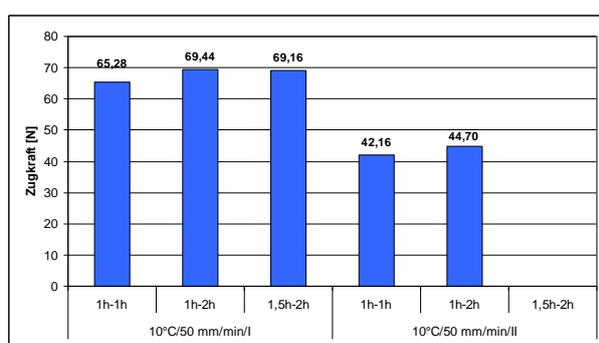


Bild 27: Einfluss der Temperierdauer – Maximalkraft

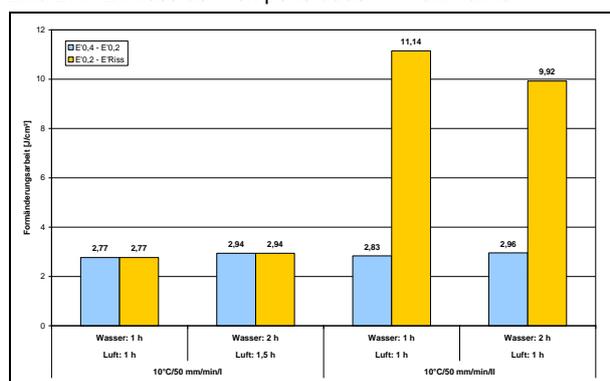


Bild 28: Einfluss der Temperierdauer – Formänderungsarbeit

Anhand der aufgezeichneten Formänderungsarbeit (vgl. **Bild 28**) kann für die Probekörperform mit verjüngtem Steg (DIN EN 13398) (*im Bild als Form I bezeichnet*) kein Einfluss und für die Probekörperform mit geradem Steg (DIN EN 13589) (*im Bild als Form II bezeichnet*) nur ein geringer Einfluss für die Auswertung der Formänderungsarbeit nach DIN EN 13703 nachgewiesen werden. Die Unterschiede in den Formänderungsarbeiten bis zum Probekörperriß bei den Probekörperformen mit geradem Steg sind bedingt durch die unterschiedlichen Ausziehlängen von 942 mm bzw. 829 mm.

Im Rahmen der Untersuchung zum Einfluss der Temperierdauern wurde der Einfluss der Zeitdauer der Temperierung an Luft als weniger relevant als der Einfluss der Temperierdauer im Wasserbad eingestuft.

Aus diesem Grund wird bei den Prüfungen für alle Proben die Temperierdauer im Wasserbad konstant gehalten (ca. 90 min) und nur die Temperierdauer im Luftbad aufgrund der Versuchsdurchführung etwas variiert – 60 min bzw. 90 min. Eine Variation der Temperierung an der Luft ist notwendig, weil immer sechs Prüfkörper gleichzeitig hergestellt werden, aber nur drei zeitgleich geprüft werden können. Deswegen beträgt für drei Proben die Dauer der Lufttemperierung stets 1h und für die anderen drei aufgrund der Versuchsdurchführung ca. 1,5h. Die Wassertemperatur beträgt für alle Proben gemäß [6] stets 90 min. Der Einfluss der unterschiedlichen Temperierdauern an Luft bei gleicher Temperierdauer im Wasserbad wurde zusätzlich noch einmal am Beispiel von drei verschiedenen polymermodifizierten Bitumen näher untersucht. Im folgenden Abschnitt sind die Ergebnisse dieser Untersuchung zusammengestellt.

6.4.2 Einfluss der Temperierung an der Luft

Aufgrund der Abweichung hinsichtlich der Dauer der Lufttemperierung von der DIN EN 13589 wurde der Einfluss der „längeren“ Lufttemperierung auf das Kraftmaximum sowie die Formänderungsarbeit zusätzlich noch einmal geprüft.

Diese Prüfungen wurden an drei verschiedenen Bitumen (PmB 25A, PmB 45A, PmB 40/100-65H) bei jeweils 10°C mit den Formen mit geradem Steg (DIN EN 13589) und einer Ausziehggeschwindigkeit von 50 mm/min durchgeführt.

Je Bitumen wurden die Prüfungen in zwei „Teile“ mit jeweils drei Proben unterteilt:

- „Teil“ 1: 2 Proben – jeweils 1h Lufttemperierung; 1 Probe – 1,5h Lufttemperierung

- „Teil“ 2: 1 Probe – 1h Lufttemperierung; 1 Probe – 1,5h Lufttemperierung; 1 Probe – 2h Lufttemperierung

So konnte gewährleistet werden, dass die Ergebnisse der beiden „Teile“ vergleichbar (hinsichtlich der Ergebnisse durch evtl. Einflüsse aus der Probenvorbereitung) sind.

Die Dauer der Wassertemperierung betrug für jede Probe 1,5h – konform der Norm (DIN EN 13589).

Des Weiteren wurden auch die bereits vorliegenden Ergebnisse dieser Bitumen (aus dem normalen Untersuchungsprogramm) bei 1,5h Lufttemperierung in die Betrachtung mit einbezogen. Somit stehen auf der einen Seite mehr Ergebnisse bei 1,5h Lufttemperierung zur Verfügung und auf der anderen kann auch die Wiederholbarkeit der Prüfungen beurteilt werden.

In dem **Bild 29** und dem **Bild 30** ist zum einem die Maximalkraft als Mittelwert als auch die Formänderungsarbeit zwischen 200 und 400 mm Ausziehlänge in Abhängigkeit von der Temperierdauer im Luftbad dargestellt. In diesen Diagrammen wurden die Ergebnisse aus den „normalen“ Versuchsprogramm allerdings nicht berücksichtigt.

In **Bild 31** sind die Einzelwerte der Formänderungsarbeit zwischen 200 und 400 mm Ausziehlänge der Untersuchung zur Ermittlung des Einflusses der Dauer der Lufttemperierung als auch der Versuche aus dem „normalen“ Untersuchungsprogramm dargestellt.

Anhand dieser Ergebnisse kann festgestellt werden, dass eine Verlängerung der Dauer der Lufttemperierung nur einen unwesentlichen Einfluss auf die Maximalkraft (1. Kraftmaximum) und die Formänderungsarbeit zwischen 200 und 400 mm Ausziehlänge hat. Aus diesem Grund werden für die weiteren Untersuchungen die bisherigen Temperierdauern im Luftbad (1h – Probekörper nach

DIN EN 13398 und 1,5 h – Probekörper nach DIN EN 13589) beibehalten.

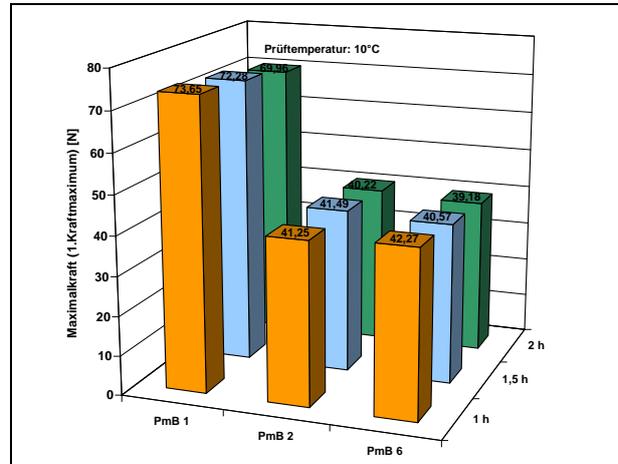


Bild 29: Einfluss der Temperierdauer im Luftbad auf das 1. Kraftmaximum (Mittelwerte)

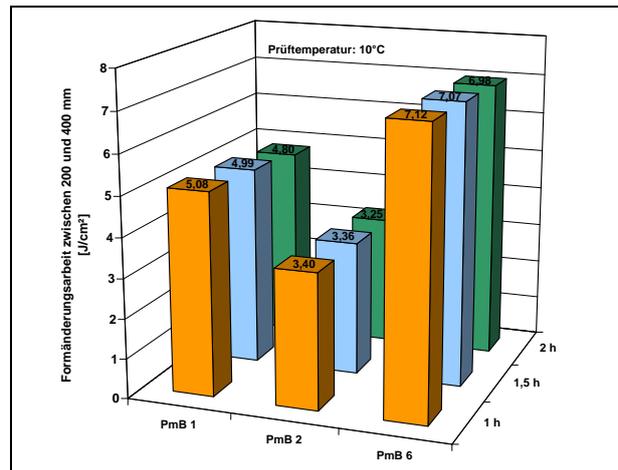


Bild 30: Einfluss der Temperierdauer im Luftbad auf die Formänderungsarbeit zwischen 200 und 400 mm Ausziehlänge (Mittelwerte)

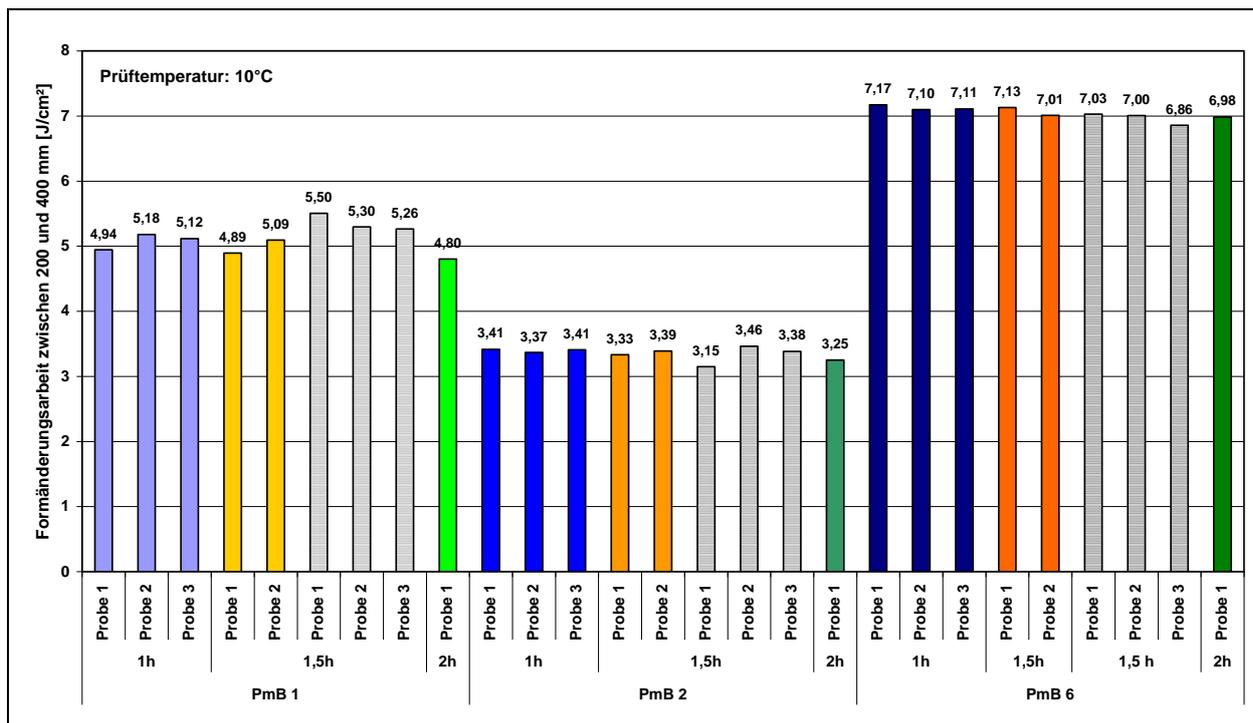


Bild 31: Einfluss der Temperierdauer im Luftbad auf die Formänderungsarbeit zwischen 200 und 400 mm Ausziehlänge (Einzelwerte, inkl. Werte aus „normalem“ Versuchsprogramm (gesteift))

7 Ergebnisse der ergänzenden Untersuchungen

In diesem Kapitel werden ausschließlich die Ergebnisse der ergänzenden Untersuchungen, wie Erweichungspunkt Ring & Kugel und Kennwerte der DSR-Untersuchungen an den Proben die thermisch beansprucht wurden, die Ergebnisse der GPC-Untersuchungen sowie die Kennwerte Nadelpenetration und Erweichungspunkt Ring & Kugel der als Referenzbitumen einbezogene Standardbitumen zusammengestellt. Die Ergebnisse der Kraftduktilitätsprüfungen gemäß DIN EN 13703 der thermisch beanspruchten Bitumenproben sowie der Standardbitumen werden gemeinsam mit den Ergebnissen der unbeanspruchten 35 polymermodifizierten Bitumen bzw. modifizierten Bitumen aus Bitumenemulsionen, die für die Untersuchungen im Rahmen des Projektes ausgewählt wurden (vgl. Kapitel 5.2), ebenfalls in Kapitel 8 dargestellt.

7.1 Thermische Beanspruchung ausgewählter Bitumenproben – Kurzzeitalterung (RTFOT) nach DIN EN 12607-1

Aufgrund der nicht ausreichenden Probenmenge der gealterten Bitumen und um mehrmaliges Er-

wärmen der Proben zu vermeiden, wurden an den gealterten Proben nur der Erweichungspunkt Ring und Kugel, die Kennwerte 'komplexer Schubmodul' und 'Phasenwinkel' bei 30°C und 90°C sowie die Kraftduktilitätsprüfungen unter Beibehaltung der unterschiedlichen Randbedingungen bei der Prüfung (Temperatur – 3-fach, Probekörperform – 2-fach, Ziehgeschwindigkeit – 2-fach), durchgeführt. Allerdings war es nicht möglich von den gealterten Bitumen auch jeweils drei Proben einer Kraftduktilitätsprüfung zu unterziehen, da die vorhandene Probenmenge unter Berücksichtigung der zu variierenden Randbedingungen nur für jeweils zwei Proben reichte. Die Bestimmung der Kennwerte von Nadelpenetration sowie der elastischen Rückstellung der vier gealterten Proben konnte aufgrund zu geringer Probenmengen ebenfalls nicht durchgeführt werden.

Die Ergebnisse des Erweichungspunktes Ring und Kugel sind sowohl in Tabellenform (vgl. **Tab. 13**) als auch in Diagrammform (**Bild 32**) zusammengestellt. Dabei ist festzustellen, dass anhand des Erweichungspunktes bei den beiden PmB 45A (PmB 08 und PmB 13) ein Anstieg des Erweichungspunktes durch die thermische Beanspruchung zwischen ca. 6 K und ca. 7 K festgestellt wurde, während bei den beiden PmB 40/100-65H (PmB 16 und PmB 21) der Erweichungspunkt nahezu konstant blieb.

Tab. 13: Ergebnisse des Erweichungspunktes Ring und Kugel („Original“ und „nach RTFOT“)

| Bitumenbezeichnung | Erweichungspunkt Ring und Kugel [°C] | | |
|--------------------|--------------------------------------|--------------|---------------|
| | „Original“ | „nach RTFOT“ | Differenz [K] |
| PmB 08 | 59,8 | 67,0 | 7,2 |
| PmB 13 | 57,8 | 64,0 | 6,2 |
| PmB 16 | 70,8 | 71,0 | 0,2 |
| PmB 21 | 77,2 | 76,0 | -1,2 |

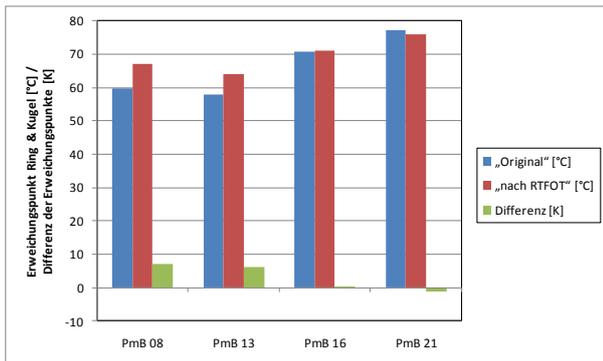


Bild 32: Ergebnisse des Erweichungspunktes Ring und Kugel („Original“ und „nach RTFOT“)

Der Anstieg des Erweichungspunktes bei den zwei PmB 45A deutet auf eine „Verhärtung“ des Grundbitumens infolge der Alterung hin. Im Gegensatz dazu könnte bei den beiden PmB 40/100-65H das Konstantbleiben des Erweichungspunktes auf eine „Verhärtung“ des Grundbitumens und gleichzeitig auf ein „Abbau“ des Polymernetzwerkes hindeuten, da beide Phänomene entgegengesetzt wirken. Die „Verhärtung“ des Grundbitumens bewirkt eine Erhöhung des Erweichungspunktes, während der „Abbau“ des Polymernetzwerkes eine Abnahme des Erweichungspunktes verursacht.

In **Bild 33** und **Bild 34** sind die Ergebnisse der durchgeführten Untersuchungen mit dem DSR (komplexer Schubmodul und Phasenwinkel) jeweils für 30°C und 90°C zusammengestellt. In den beiden Bildern sind zusätzlich zu den Ergebnissen der „RTFOT gealterten“ Proben auch die Ergebnisse der „frischen“ Proben eingefügt.

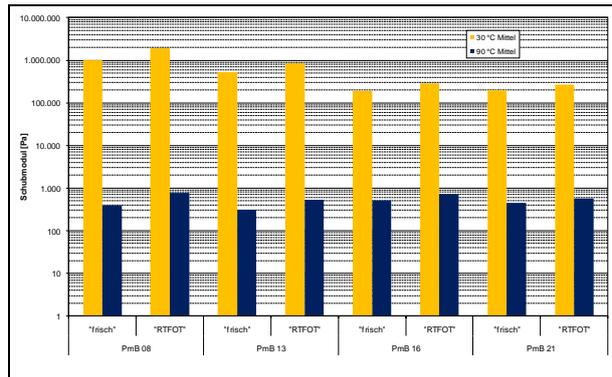


Bild 33: Ergebnisse der DSR-Untersuchungen (Schubmodul) – Vergleich „frische“ und „RTFOT gealterte“ Proben

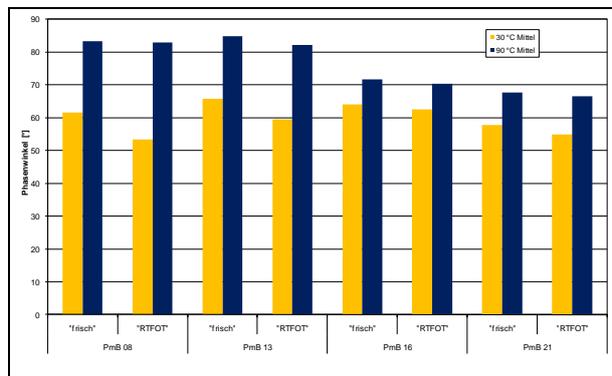


Bild 34: Ergebnisse der DSR-Untersuchungen (Phasenwinkel) – Vergleich „frische“ und „RTFOT gealterte“ Proben

Anhand der Ergebnisse der Untersuchungen mit dem DSR ist zu erkennen, dass sich der Schubmodul infolge der Alterung bei allen Proben etwas erhöht hat, wobei die Steigerung bei den beiden PmB 45 A (PmB 08 und PmB 13) betragsmäßig etwas größer ist, als bei den zwei PmB 40/100-65H (PmB 16 und PmB 21). Beim Phasenwinkel wurden bei 90°C nur sehr geringe Änderungen zwischen den Ergebnissen vor und nach Alterung registriert, während bei 30°C bei den PmB 45A-Proben relativ große Änderungen (Abnahme; $\Delta \approx 6-7^\circ$) zwischen den beiden Alterungsstufen festgestellt wurden. Bei den PmB 40/100-65H liegen die Änderungen der Phasenwinkel bei 90°C nach der thermischen Beanspruchung auch ungefähr auf dem Niveau der PmB45A-Proben (Abnahme von ca. 1°). Allerdings wurden bei den thermisch beanspruchten Proben des PmB 40/100-65H bei 30°C Änderungen im Phasenwinkel von max. 3° (Abnahme) gegenüber den unbeanspruchten Proben ermittelt.

Die Ergebnisse der Kraftduktilitätsprüfungen gemäß der Auswertung nach DIN EN 13703 der thermisch beanspruchten Proben sind in Kapitel 8 enthalten.

7.2 Chemisch-strukturelle Untersuchungen ausgewählter Bitumenproben

In **Bild 35** bis **Bild 37** sind die aus den drei Proben gemittelten Kraftduktilitätsverläufe der Bitumenproben, an denen auch die GPC-Untersuchungen durchgeführt wurden, jeweils für die Probekörperform II („gerader Steg“), einer Prüftemperatur von 10°C sowie einer Ziehgeschwindigkeit von 50 mm/min zusammengestellt. Die Darstellung erfolgt dabei jeweils getrennt nach PmB 25A, PmB 45A und PmB 40/100-65H. Bei den PmB 45A und den PmB 40/100-65H sind neben den Bitumenproben im „frischen Zustand“ auch die Ergebnisse der Proben „nach RTFOT-Alterung“ enthalten.

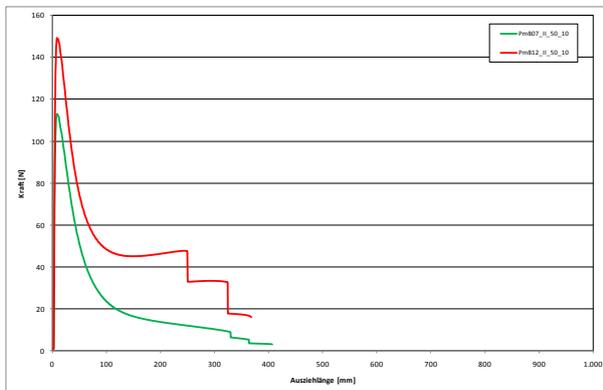


Bild 35: Verlauf der KD-Kurven der beiden PmB 25A (PmB07 und PmB12)

Bild 36: Verlauf der KD-Kurven der drei PmB 45A (PmB02 – Zustand: „frisch“, PmB08 und PmB13 - Zustand: „frisch“ und „gealtert“)

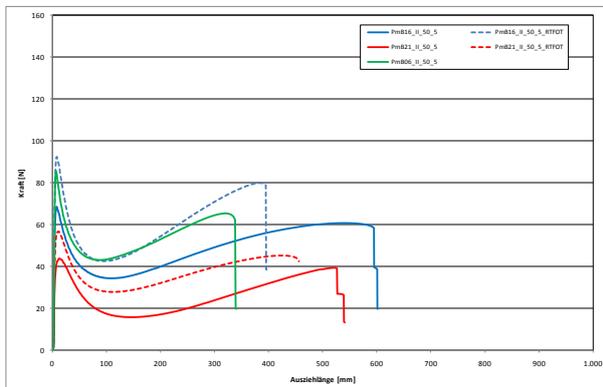


Bild 37: Verlauf der KD-Kurven der drei PmB 40/100-65H (PmB06 – Zustand: „frisch“, PmB16 und PmB21 - Zustand: „frisch“ und „gealtert“)

In **Bild 38** bis **Bild 45** ist die Molekulargewichtsverteilung der untersuchten Proben jeweils für die zwei Einzelproben dargestellt. Des Weiteren werden in **Bild 41**, **Bild 43**, **Bild 44** und **Bild 45** die

Ergebnisse der Molmassenverteilung sowohl von „frischen“ als auch den „RTFOT gealterten“ Proben gegenübergestellt. Anhand dieser kann bereits optisch der Einfluss der Kurzzeitalterung auf die Molmassenverteilung dieser Bitumenproben beurteilt werden. Aufgrund der Beanspruchung durch die RTFOT-Alterung kann eine Abnahme der Makromoleküle bzw. längerer Polymerketten und eine Zunahme des Anteils von Polymeren mit geringerem Molekulargewicht festgestellt werden. Des Weiteren erhöhte sich durch die Beanspruchung auch der Anteil im Bereich der Molekulargewichte der Asphaltene, was auf eine Zunahme der Asphaltene oder aber auch auf eine Verkürzung der Polymerketten zurückgeführt werden kann. Außer bei der Probe des PmB 16 (s. **Bild 44**) kann bei allen anderen Proben (PmB 08, PmB 13 und PmB 21) eine Abnahme des Anteils im Bereich höherer Molekulargewichte und eine Zunahme des Anteils im Bereich geringerer Molekulargewichte registriert werden. Bei dem PmB 16 (**Bild 44**) ist aufgrund der hohen Molekulargewichte der eingesetzten Polymere nur eine ganz minimale Abnahme im Bereich sehr hoher Molekulargewichte feststellbar, während ab einer Molmasse von $2 \cdot 10^5$ g/mol die Anteile der gealterten Proben höher sind als die der frischen Proben.

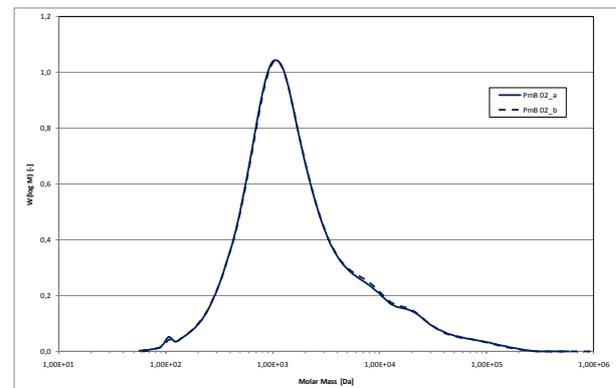


Bild 38: Ergebnisse der GPC-Untersuchung: Molmassenverteilung von PmB 02 (Probe a und b) [24]

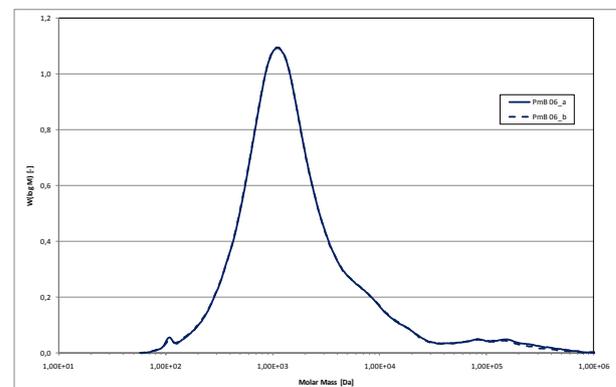


Bild 39: Ergebnisse der GPC-Untersuchung: Molmassenverteilung von PmB 06 (Probe a und b) [24]

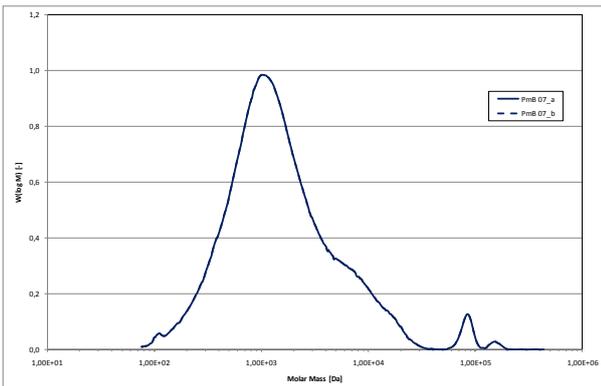


Bild 40: Ergebnisse der GPC-Untersuchung: Molmassenverteilung von PmB 07 (Probe a und b) [24]

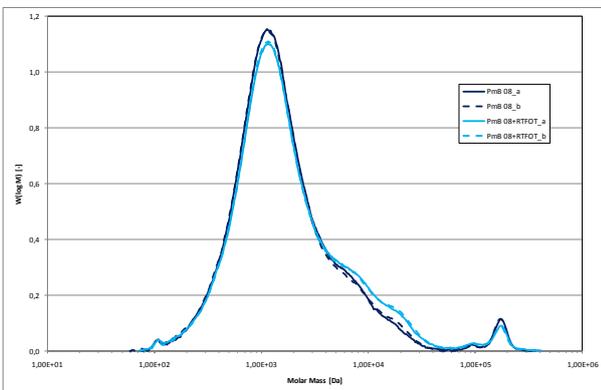


Bild 41: Ergebnisse der GPC-Untersuchung: Molmassenverteilung von PmB 08 („frisch“ und „RTFOT“) – jeweils Probe a und b [24]

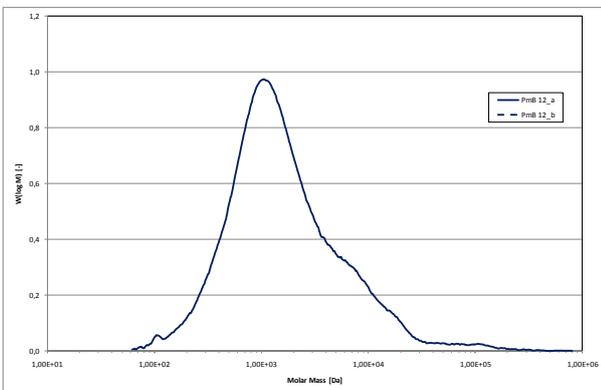


Bild 42: Ergebnisse der GPC-Untersuchung: Molmassenverteilung von PmB 12 (Probe a und b) [24]

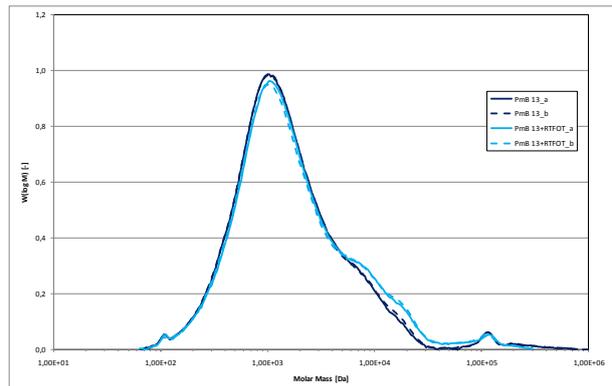


Bild 43: Ergebnisse der GPC-Untersuchung: Molmassenverteilung von PmB 13 („frisch“ und „RTFOT“) – jeweils Probe a und b [24]

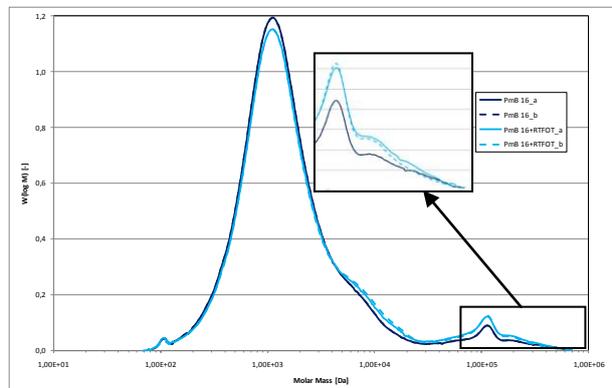


Bild 44: Ergebnisse der GPC-Untersuchung: Molmassenverteilung von PmB 16 („frisch“ und „RTFOT“) – jeweils Probe a und b [24]

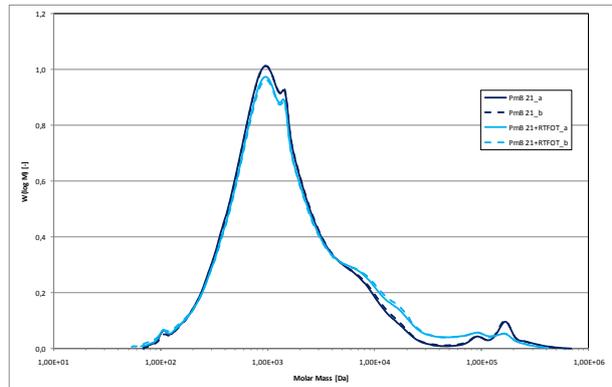


Bild 45: Ergebnisse der GPC-Untersuchung: Molmassenverteilung von PmB 21 („frisch“ und „RTFOT“) – jeweils Probe a und b [24]

Ein Vergleich der Molmassenverteilungen der einzelnen Bitumen mit den Bitumen der gleichen Sorte (vgl. **Bild 46** bis **Bild 50**) wird deutlich, dass sich der Anteil der Molekulargewichte innerhalb einer Sorte wesentlich unterscheiden kann. Beispielsweise kann in **Bild 46** anhand der beiden Sorten festgestellt werden, dass das PmB 07 zwei Peaks im Bereich von ca. $1 \cdot 10^5$ g/mol ausweist, während das PmB 12 in diesem Bereich eine gleichmäßige

Molmassenverteilung ohne Peaks aufweist. Bezogen auf die Ergebnisse der Kraftduktilitätskurven könnten die größeren Anteile der höheren Molmassen des PmB 07 bedeuten, dass das 1. Kraftmaximum sowie die ermittelte Formänderungsarbeit geringer ist als beim PmB 12 das eine gleichmäßigere Molmassenverteilung ohne Peaks aufweist.

Bei untersuchten Proben der PmB 45A kann dies nicht bestätigt werden, hier weist das Bitumen mit der gleichmäßigen Molmassenverteilung (PmB 02) im Vergleich zu den beiden anderen Bitumen mit einem Peak in der Molmassenverteilung bei ca. $1 \cdot 10^5$ g/mol ein geringeres 1. Kraftmaximum sowie auch eine geringere Formänderungsarbeit auf. Während das Bitumen mit dem Peak bei der höheren Molmasse (PmB 08) das höchste Kraftmaximum als auch die höchste Formänderungsarbeit zeigt. Wenn man allerdings nur den Bereich von einer Molmasse mit $2 \cdot 10^5$ g/mol betrachtet, dann trifft die bei den PmB 45A gemachte Feststellung auch auf die PmB 25A zu, denn in diesem Bereich ist der Anteil des PmB 12 höher, wenn auch nur geringfügig als der des PmB 07.

Damit diese Feststellung in ähnlicher Weise auch bei den PmB H gültig ist, muss allerdings der Bereich der Molmasse betrachtet werden, der geringfügig größer als $2 \cdot 10^5$ g/mol ist.

Des Weiteren ist anhand der Molmassenverteilungen auch zu erkennen, dass bei einigen Herstellern die einzelnen Sorten eine vergleichbare Molmassenverteilung (z.B. PmB 02 und PmB 06) ohne wesentliche Peaks aufweisen, während sich bei anderen die Molmassenverteilungen zwischen den einzelnen Sorten unterscheiden (z.B. PmB 12, PmB 13 und PmB 16). Das PmB 12 hat eine gleichmäßige Molmassenverteilung ohne Peaks und das PmB 13 als auch das PmB 16 weisen Peaks in der Molmassenverteilung auf.

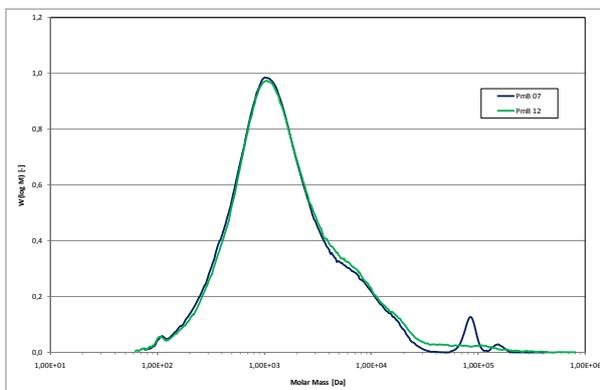


Bild 46: Ergebnisse der GPC-Untersuchung: Molmassenverteilung der PmB 25A (PmB 07 und 12) [24]

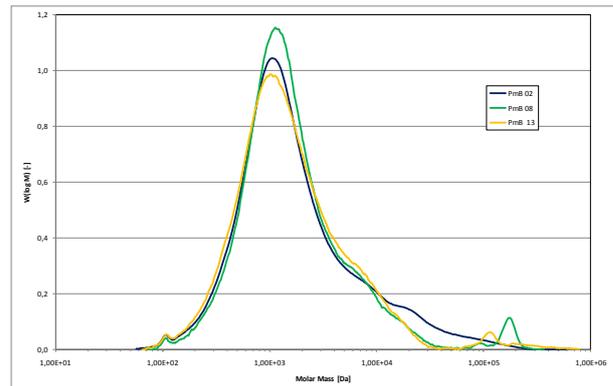


Bild 47: Ergebnisse der GPC-Untersuchung: Molmassenverteilung von PmB 45A (PmB 02, 08 und 13) [24]

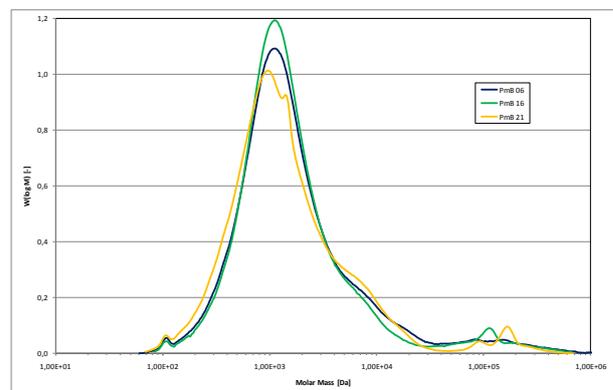


Bild 48: Ergebnisse der GPC-Untersuchung: Molmassenverteilung von PmB H (PmB 06, 16 und 21) [24]

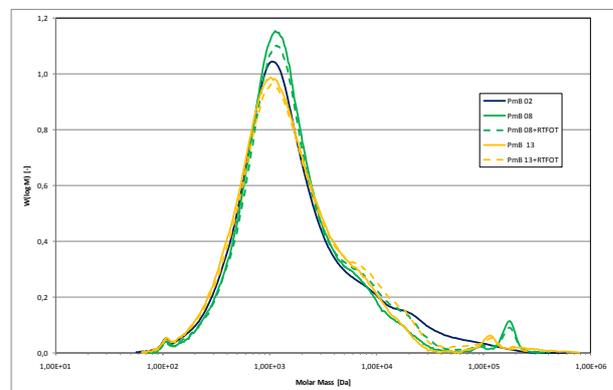


Bild 49: Ergebnisse der GPC-Untersuchung: Molmassenverteilung von PmB 45A („frisch“ - PmB 02, 08, 13 und „RTFOT“ - PmB 08, 13) [24]

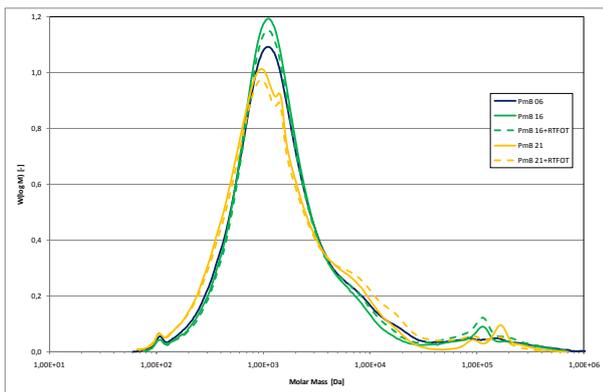


Bild 50: Ergebnisse der GPC-Untersuchung: Molmassenverteilung von PmB H („frisch“ - PmB 06, 16, 21 und „RTFOT“ - PmB 16, 21) [24]

7.3 Untersuchung von Standard-Bitumenproben als Referenzproben

In der folgenden Tabelle sind die Ergebnisse der Nadelpenetration sowie des Erweichungspunktes Ring und Kugel der untersuchten sieben Standardbitumenproben zusammengestellt.

Tab. 14: Ergebnisse der Nadelpenetration und des Erweichungspunktes Ring und Kugel der untersuchten Standardbitumen

| Hersteller | Bitumenbezeichnung | Nadelpenetration [1/10 mm] | Erweichungspunkt Ring und Kugel [°C] |
|------------|--------------------|----------------------------|--------------------------------------|
| 1 | 30/45 | 34 | 54,6 |
| 2 | 30/45 | 32 | 57,6 |
| 1 | 50/70 | 52 | 50,8 |
| 2 | 50/70 | 48 | 50,8 |
| 3 | 50/70 | 51 | 51,8 |
| 1 | 70/100 | 84 | 46,2 |
| 2 | 70/100 | 70 | 46,4 |

Bis auf ein Bindemittel (Bitumen 50/70 des Herstellers 2) werden von allen die Anforderungen der TL Bitumen-StB 07 an die Nadelpenetration und den Erweichungspunkt Ring und Kugel erfüllt. Das eine Bindemittel (Bitumen 50/70) unterschreitet nur bei der Nadelpenetration die Anforderung der TL Bitumen-StB 07 um $2 \frac{1}{10}$ mm, der Erweichungspunkt Ring und Kugel entspricht allerdings den Anforderungen.

Die Ergebnisse der Kraftduktilitätsprüfungen sind ebenso wie die Ergebnisse der Kraftduktilitätsprü-

fungen der thermisch beanspruchten Proben in Kapitel 8 enthalten.

8 Untersuchungsergebnisse der Kraftduktilitätsprüfungen

8.1 Allgemeines

In diesem Abschnitt werden die Ergebnisse der Kraftduktilitätsprüfung zusammengestellt. Dabei wird zwischen dem Einfluss der unterschiedlichen Randbedingungen bei der Prüfung (Abschnitt 8.2), den Ergebnissen der untersuchten Standardbitumen (Abschnitt 8.3), den Ergebnissen der verschiedenen Sorten der polymermodifizierten Bitumen (Abschnitte 8.4, 8.5, 8.6, 8.7, 8.8), die im Rahmen des Projektes untersucht wurden, den Ergebnissen der thermisch beanspruchten Bitumenproben (Abschnitt 8.9) sowie den Ergebnissen der modifizierten Bitumenemulsionen (Abschnitt 8.10) unterschieden.

Die Auswertung erfolgt dabei stets ausschließlich gemäß den DIN EN 13703 [9]. Die weitergehende Auswertung einschließlich Interpretation des Kurvenverlaufes erfolgt in Abschnitt 11.

Auswertung gemäß DIN EN 13703

Gemäß der DIN EN 13703 ist die Formänderungsarbeit im Bereich von 200 bis 400 mm Ausziehlänge anzugeben.

Unabhängig davon werden allerdings in den ersten Auswertungen zusätzlich für alle geprüften Parameter die Formänderungsarbeit zwischen 200 mm und dem Probenriss sowie die Ausziehlänge als auch das 1. Kraftmaximum angegeben bzw. dargestellt.

Wenn die Ausziehlänge der Probe 400 mm nicht erreicht, d.h. die Probe vor Erreichen einer Dehnungslänge von 400 mm reißt, wird für die Probe keine Formänderungsarbeit gemäß DIN EN 13703 berechnet.

8.2 Einfluss der Randbedingungen bei der Kraftduktilitätsprüfung

Um den Einfluss von Randbedingungen auf die Prüfergebnisse zu untersuchen, wurden mehrere Randbedingungen während der Prüfungen variiert. Dies waren im Einzelnen die Prüfterperatur, die Probekörperform und die Ziehgeschwindigkeit. In

den folgenden Abschnitten werden die Ergebnisse der Untersuchungen jeweils getrennt für die drei Randbedingungen jeweils für die fünf PmB 45A (25/55-55A), die auch für die Hauptuntersuchung ausgewählt wurden, näher betrachtet.

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

8.2.1 Einfluss der Prüftemperatur

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

Die Ergebnisse sind in den folgenden Bildern jeweils für die Formänderungsarbeit (Bild 51 bis Bild 53) und für das 1. Kraftmaximum (Bild 54 bis Bild 56) am Beispiel der PmB 45A der fünf verschiedenen Produzenten dargestellt. Anhand der Ergebnisse ist zu erkennen, dass erwartungsgemäß die Formänderungsarbeit als auch die Kraft (1./2. Kraftmaximum) mit Zunahme der Temperatur abnimmt, während die Ausziehlänge bei steigender Temperatur zunimmt.

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

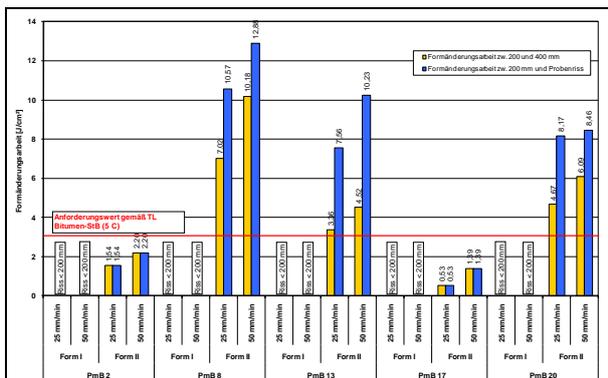


Bild 51: PmB 45A - Formänderungsarbeit zwischen 200 und 400 mm sowie 200 mm und dem Probenriss (Temperatur: 5°C)

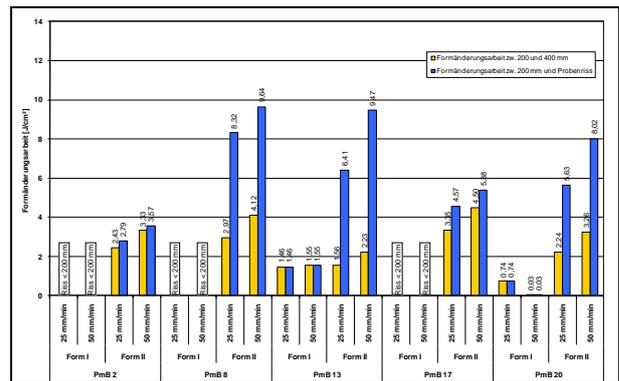


Bild 52: PmB 45A - Formänderungsarbeit zwischen 200 und 400 mm sowie 200 mm und dem Probenriss (Temperatur: 10°C)

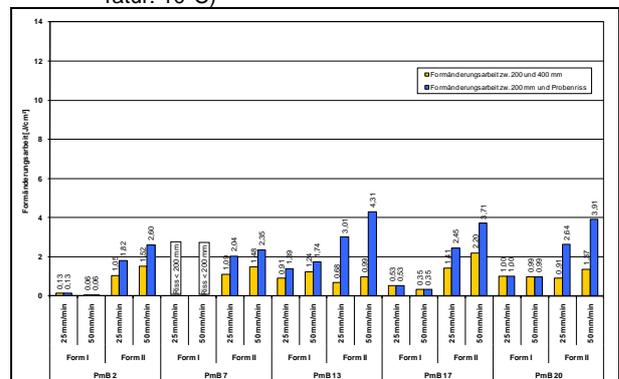


Bild 53: PmB 45A - Formänderungsarbeit zwischen 200 und 400 mm sowie 200 mm und dem Probenriss (Temperatur: 15°C)

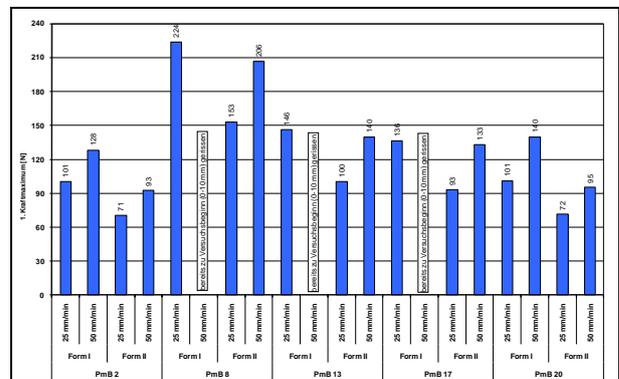


Bild 54: PmB 45A - Kraftmaximum (1. Kraftmaximum) (Temperatur: 5°C)

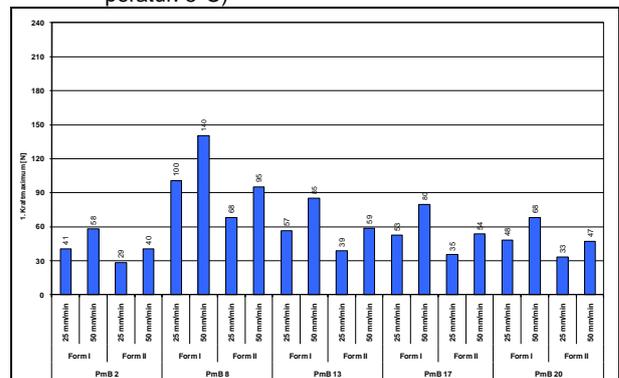


Bild 55: PmB 45A - Kraftmaximum (1. Kraftmaximum) (Temperatur: 10°C)

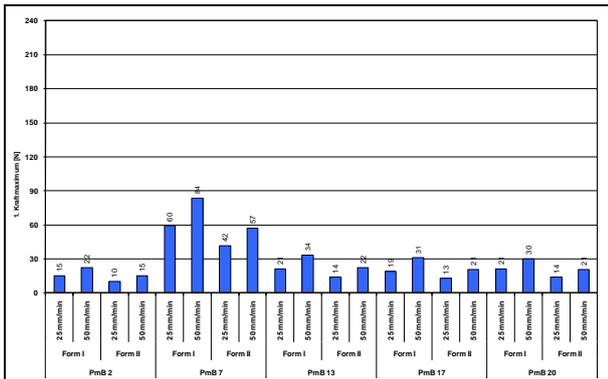


Bild 56: PmB 45A - Kraftmaximum (1. Kraftmaximum) (Temperatur: 15°C)

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

8.2.2 Einfluss der Probekörperform

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

Die Ergebnisse der Untersuchungen sind bzgl. der Formänderungsarbeit und der Höhe des Kraftmaximums in Bild 51 bis Bild 56 sowie hinsichtlich der Ausziehlänge in Bild 57 bis Bild 59 in Abhängigkeit von der Temperatur zusammengestellt.

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

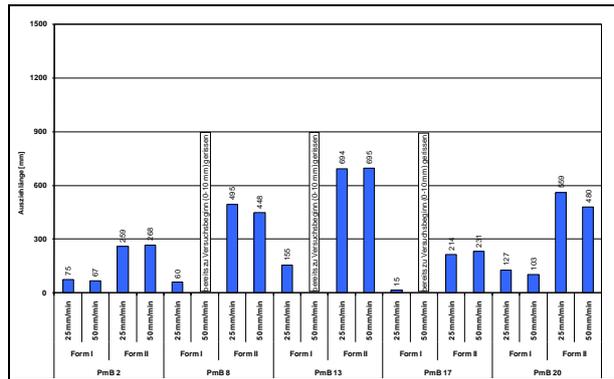


Bild 57: PmB 45A – Ausziehlänge bis Probenriss (Temperatur: 5°C)

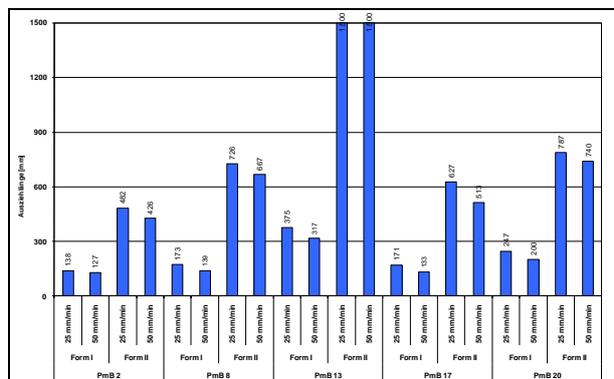


Bild 58: PmB 45A – Ausziehlänge bis Probenriss (Temperatur: 10°C)

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

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

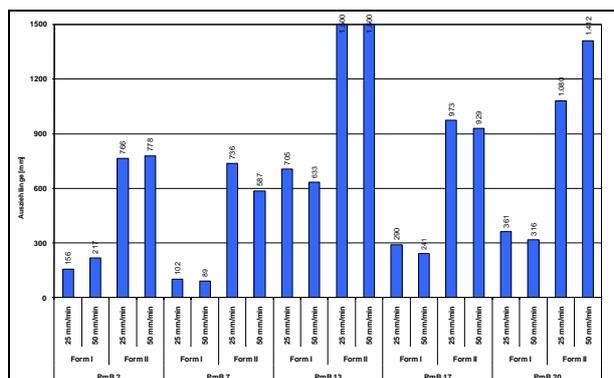


Bild 59: PmB 45A – Ausziehlänge bis Probenriss (Temperatur: 15°C)

8.2.3 Einfluss der Ziehgeschwindigkeit

Auch die Ziehgeschwindigkeit wurde 2-fach variiert. Neben der, in den verschiedenen Normen üblichen, Ziehgeschwindigkeit von 50 mm/min wurde auch eine langsamere Ziehgeschwindigkeit von 25 mm/min untersucht, weil hierdurch erwartet wurde, dass die Prüfungen bei niedrigeren Temperaturen eventuell ohne vorzeitigen Probenriss bis zum regulären Versuchsende durchgeführt werden können.

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

Die Ergebnisse der Untersuchungen mit verschiedenen Ziehgeschwindigkeiten zeigen (vgl. Bild 51 bis Bild 59), dass durch eine Reduktion der Ziehgeschwindigkeit das Niveau des Kraftmaximums abnimmt und die Ausziehlänge in den meisten Fällen bei einer Ausziehgeschwindigkeit von 25 mm/min nicht wesentlich größer ist als die bei 50 mm/min gemessene. Dadurch ergibt sich auch bei der Formänderungsarbeit bei 25 mm/min ein geringerer Wert. Aufgrund dieser Ergebnisse ist eine Reduktion der Ziehgeschwindigkeit nicht sinnvoll, zumal dadurch auch die notwendige Zeit für die Prüfung erheblich erhöht wird.

8.3 Ergebnisse für die Standardbitumen

Die Kraftduktilitätsprüfungen an den Standardbitumen wurden auch bei den drei Prüftemperaturen (5°C, 10°C und 15°C), aber nur mit einer Probekörperform (Form II) und einer Ziehgeschwindigkeit (50 mm/min). Die Prüfparameter wurden gewählt, weil sich anhand der Ergebnisse aus Abschnitt 8.2 diese Randbedingungen als am geeignetsten herausstellten.

In **Tab. 15** bis **Tab. 17** sind die Formänderungsarbeiten zwischen 0 und 200 mm, zwischen 0 mm und Probenriss sowie zwischen 200 und 400 mm,

die Ausziehlänge und die Maximalkraft jeweils aufgeteilt nach den drei Prüftemperaturen dargestellt.

Tab. 15: Ergebnisse der Kraftduktilitätsprüfung der Standardbitumen (Prüftemperatur: 5°C)

| Sorte | Hersteller | Formänderungsarbeit [J] | | | Länge [mm] | 1. Kraftmaximum [N] |
|--------|------------|-------------------------|--------|------------|------------|---------------------|
| | | 0-200 mm | 0-Riss | 200-400 mm | | |
| 30/45 | 1 | - | - | - | - | - |
| 30/45 | 2 | - | - | - | - | - |
| 50/70 | 1 | 7,27 | 7,32 | - | 203 | 115 |
| 50/70 | 2 | - | - | - | - | - |
| 50/70 | 3 | 5,99 | 5,99 | - | 158 | 103 |
| 70/100 | 1 | 3,85 | 4,37 | 0,43 | 473 | 53 |
| 70/100 | 2 | 7,73 | 8,54 | - | 354 | 126 |

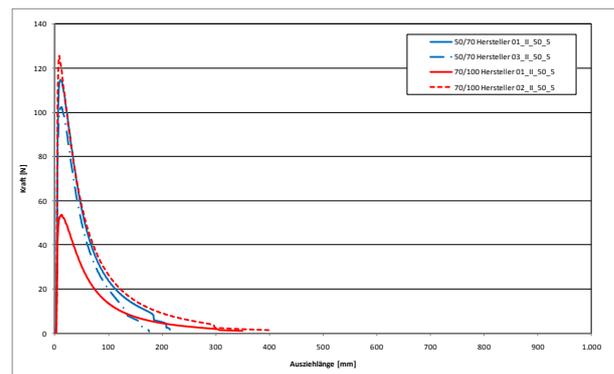


Bild 60: Kraftduktilitätsverlauf von Standardbitumen bei einer Prüftemperatur von 5°C (herstellerspezifisch)

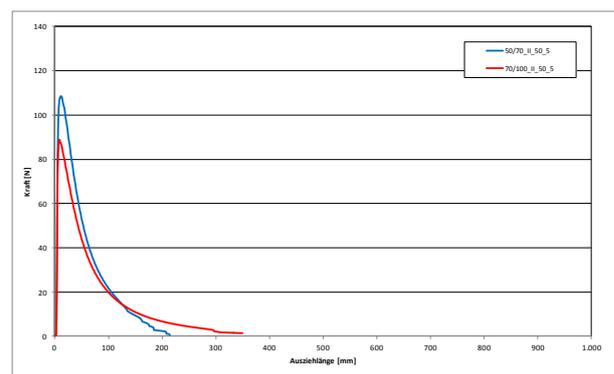


Bild 61: Kraftduktilitätsverlauf von Standardbitumen bei einer Prüftemperatur von 5°C (Mittelwerte der Sorten)

Bei den Untersuchungen zeigte sich, dass sich bei einer Prüftemperatur von 5°C bei den beiden 30/45 als auch bei einem 50/70 bereits kurz nach Versuchsbeginn der Riss einstellte, so dass keine Auswertung möglich war. Des Weiteren konnte anhand der Ergebnisse festgestellt werden, dass die Spanne zwischen den beiden 70/100 hinsicht-

lich der Formänderungsarbeit als auch der Maximalkraft relativ groß war. Die Ergebnisse der beiden ausgewerteten 50/70 liegen relativ eng hinsichtlich der Versuchsergebnisse beieinander. Allerdings sind bei 5°C nur die Proben einer Sorte sowie eines Herstellers gemäß der DIN EN 13703 auswertbar, da alle anderen Proben bei dieser Prüftemperatur bereits vor dem Erreichen einer Ausziehlänge von 400 mm gerissen sind.

Tab. 16: Ergebnisse der Kraftduktilitätsprüfung der Standardbitumen (Prüftemperatur: 10°C)

| Sorte | Hersteller | Formänderungsarbeit [J] | | | Länge [mm] | 1. Kraftmaximum [N] |
|--------|------------|-------------------------|--------|------------|------------|---------------------|
| | | 0-200 mm | 0-Riss | 200-400 mm | | |
| 30/45 | 1 | 5,69 | 5,80 | - | 226 | 85 |
| 30/45 | 2 | 4,38 | 4,38 | - | 184 | 70 |
| 50/70 | 1 | 3,48 | 4,47 | 0,62 | 648 | 47 |
| 50/70 | 2 | 3,63 | 4,19 | 0,43 | 772 | 52 |
| 50/70 | 3 | 3,00 | 3,40 | 0,32 | 595 | 42 |
| 70/100 | 1 | 1,40 | 1,61 | 0,15 | 1500 | 20 |
| 70/100 | 2 | 2,40 | 2,88 | 0,28 | 1500 | 40 |

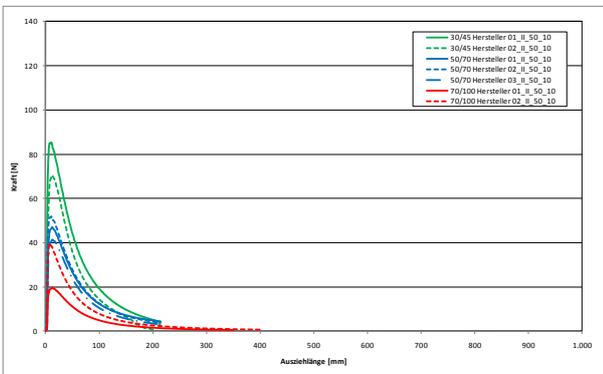


Bild 62: Kraftduktilitätsverlauf von Standardbitumen bei einer Prüftemperatur von 10°C (herstellerspezifisch)

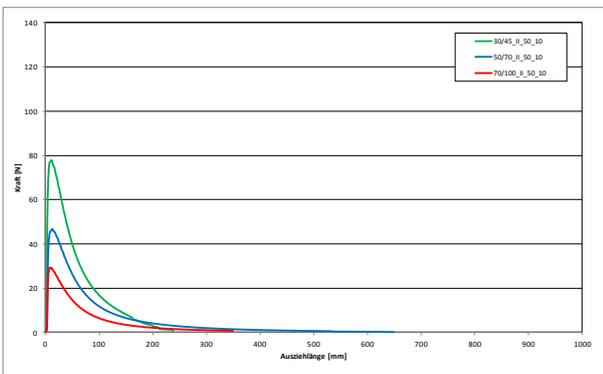


Bild 63: Kraftduktilitätsverlauf von Standardbitumen bei einer Prüftemperatur von 10°C (Mittelwerte der Sorten)

Auch bei den Prüftemperaturen von 10°C und 15°C zeigte sich ein ähnliches Bild, wie bei 5°C. Innerhalb der Sorten liegen die Ergebnisse relativ eng zusammen, die einzige Ausnahme bilden auch hier wieder die beiden Proben des Bitumen 70/100.

Tab. 17: Ergebnisse der Kraftduktilitätsprüfung der Standardbitumen (Prüftemperatur: 15°C)

| Sorte | Hersteller | Formänderungsarbeit [J] | | | Länge [mm] | 1. Kraftmaximum [N] |
|--------|------------|-------------------------|--------|------------|------------|---------------------|
| | | 0-200 mm | 0-Riss | 200-400 mm | | |
| 30/45 | 1 | 2,22 | 2,86 | 0,31 | 1500 | 31 |
| 30/45 | 2 | 2,17 | 2,48 | 0,24 | 1212 | 30 |
| 50/70 | 1 | 1,11 | 1,44 | 0,16 | 1500 | 15 |
| 50/70 | 2 | 1,21 | 1,46 | 0,14 | 1500 | 17 |
| 50/70 | 3 | 1,17 | 1,35 | 0,13 | 1500 | 16 |
| 70/100 | 1 | 0,39 | 0,47 | 0,04 | 1500 | 6 |
| 70/100 | 2 | 0,58 | 0,67 | 0,06 | 1500 | 10 |

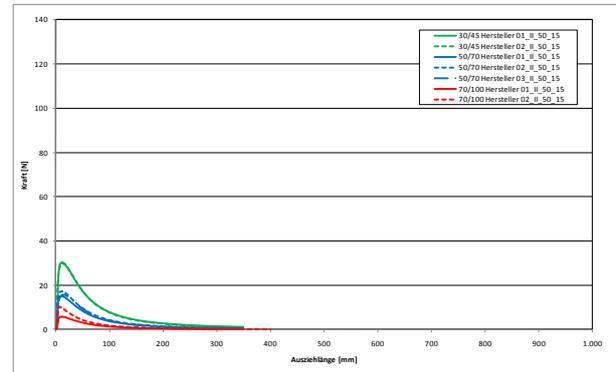


Bild 64: Kraftduktilitätsverlauf von Standardbitumen bei einer Prüftemperatur von 15°C (herstellerspezifisch)

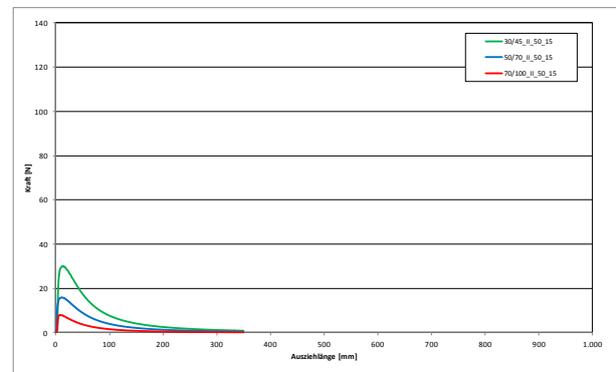


Bild 65: Kraftduktilitätsverlauf von Standardbitumen bei einer Prüftemperatur von 15°C (Mittelwerte der Sorten)

Die geprüften Bitumen 30/45 erreichen nur bei einer Prüftemperatur von 15°C eine Ausziehlänge von 400 mm, die eine Auswertung gemäß der

DIN EN 13703 erlaubt. Die untersuchten Bitumen 50/70 und 70/100 erreichen bereits bei einer Prüftemperatur von 10°C eine Ausziehlänge von mindestens 400 mm. Das Bitumen 70/100 eines Herstellers erreicht bereits bei der Prüftemperatur von 5°C eine Ausziehlänge von 400 mm.

Die Formänderungsarbeit gemäß DIN EN 13703 im Bereich zwischen 200 und 400 mm Ausziehlänge beträgt bei allen betrachteten Prüftemperaturen und Bitumen weniger als 1 J/cm².

8.4 Ergebnisse für das PmB 25A (10/40-65A)

In diesem Abschnitt werden die Ergebnisse für das PmB 25A (10/40-65A) der verschiedenen Hersteller bei der Prüftemperatur von 10°C zusammengestellt (**Bild 66** bis **Bild 68**).

In der Praxis ist es nicht sinnvoll, mit der Durchführung der Kraftduktilitätsprüfung von PmB 25A bei 5°C zu beginnen, da die Bitumen bei dieser Temperatur nicht die Mindest-Ausziehlänge von 400 mm und in einigen Fällen nicht mal 200 mm erreichen. Erst ab einer Prüftemperatur von 10°C ist eine Ermittlung der Formänderungsarbeit gemäß DIN EN 13703 möglich. Allerdings erreichen auch bei 10°C einige Proben nicht die vorgeschriebene Ausziehlänge, so dass dann eine weitere Prüfung bei 15°C erforderlich ist.

Auch die registrierten Kräfte sind bei den Prüftemperaturen von 10°C und 15°C noch ausreichend groß.

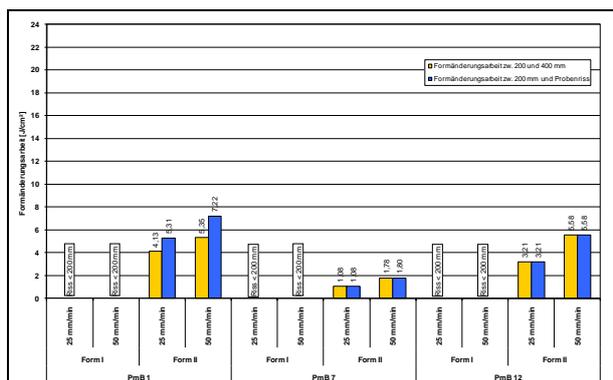


Bild 66: Formänderungsarbeit zwischen 200 und 400 mm sowie 200 mm und dem Probenriss (Temperatur: 10°C)

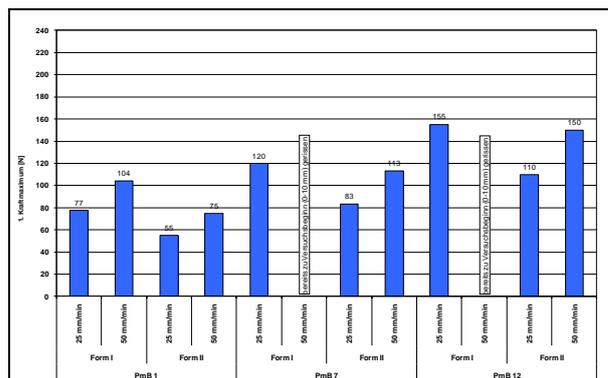


Bild 67: Kraftmaximum (1. Kraftmaximum) (Temperatur: 10°C)

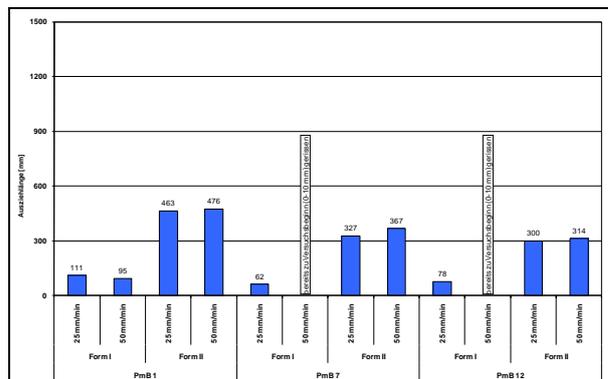


Bild 68: Ausziehlänge (Temperatur: 10°C)

Die Anforderung (≥ 2 J/cm² bei 10°C) gemäß TL Bitumen-StB 07 hinsichtlich der Formänderungsarbeit bei 10°C wird nur von einem Bitumen knapp nicht erreicht. Allerdings erreichen auch zwei der drei Proben dieses Bitumens nicht die vorgeschriebene Ausziehlänge von 400 mm. Dies muss allerdings vor dem Hintergrund betrachtet werden, dass die im Rahmen des Projektes untersuchten polymermodifizierten Bitumen noch nach den TL PmB und nicht nach den TL Bitumen geliefert wurden.

Bei den Prüfungen mit der Form I (verjüngter Steg) wiesen im Allgemeinen alle Bitumen, unabhängig von der Prüftemperatur, bereits Risse bei einer Ausziehlänge von kleiner als 200 mm auf. Nur bei einer Ziehgeschwindigkeit von 25 mm/min konnten bei 15°C die Proben von zwei Bitumen auf eine Länge von größer als 200 mm ausgezogen werden. Bei der Form II (gerader Steg) wurden bei 10°C Ausziehlängen von mindestens 300 mm und bei 15°C von mindestens 500 mm erreicht. Allerdings weisen die mit der Form II geprüften Proben geringere Maximalkräfte als die mit der Form I geprüften auf.

Im Gegensatz zu der Prüfung mit der Form II (gerader Steg) bei 5°C war bei 10°C als auch bei 15°C bei zwei der drei Bitumen ein 2. Kraftmaximum festzustellen (s. **Bild 69** am Beispiel des PmB 01). Bei der Prüfung mit der Form I wurde

unabhängig von der Temperatur und der Ziehgeschwindigkeit kein 2. Kraftmaximum registriert.

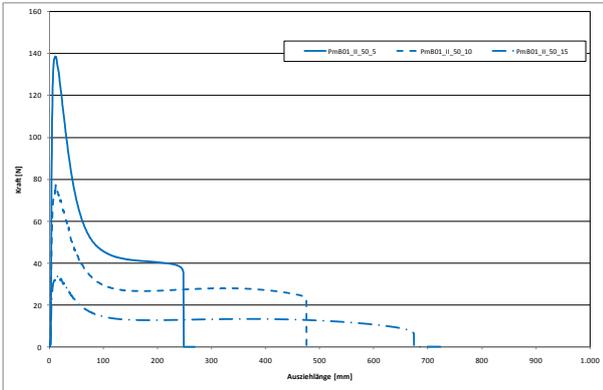


Bild 69: Kraftduktilitätskurven des PmB 01 bei den Prüftemperaturen 5°C, 10°C und 15°C

8.5 Ergebnisse für das PmB 45A (25/55-55A)

In diesem Abschnitt werden die Ergebnisse für das PmB 45A (25/55-55A) der verschiedenen Hersteller bei der Prüftemperatur von 10°C zusammengestellt.

In den Diagrammen sind neben den „Standard“ PmB 45A auch noch die beiden PmB 45A - WM für reduzierte Anwendungstemperaturen (Niedrigviskositätsbitumen) – PmB 05 und PmB 10, das PmB 45A - AG für den Einsatz in Asphalt unter Verwendung von Asphaltgranulat (PmB 04) sowie das plastomermodifizierte Bitumen PmB 45C (PmB 22) dargestellt. Somit war eine Gegenüberstellung der Ergebnisse der verschiedenen PmB 45A möglich.

Bei der Prüftemperatur von 5°C ließen sich die Proben mit dem verjüngenden Steg (Form I gemäß DIN EN 13398) nicht auswerten, da die Ausziehlänge unabhängig von der Ausziehgeschwindigkeit die 200 mm nicht erreichte. Auch von den Proben mit geradem Steg ließen sich bei 5°C nicht alle gemäß der Norm auswerten, da bei einigen der Riss bereits vor 400 mm Ausziehlänge eintrat. Somit wäre eine Auswertung dieser Bitumenprodukte nach [16] bei der Temperatur von 5°C nicht möglich. Auch hierbei ist zu berücksichtigen, dass die untersuchten Proben noch gemäß den TL PmB geliefert wurden.

Auch bei einer Prüftemperatur von 10°C wird von allen Proben mit verjüngendem Steg die Ausziehlänge von 400 mm und teilweise auch 200 mm nicht erreicht (vgl. Bild 73), wodurch die Berechnung der Formänderungsarbeit nicht möglich ist (vgl. Bild 70). Bei den mit geradem Steg untersuchten Proben erreichen alle eine Ausziehlänge von

mindestens 400 mm (vgl. Bild 73), so dass eine normgerechte Auswertung möglich ist.

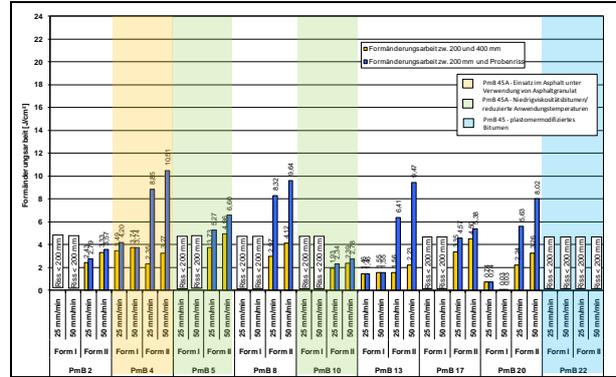


Bild 70: Formänderungsarbeit zwischen 200 und 400 mm sowie 200 mm und dem Probenriss (Temperatur: 10°C)

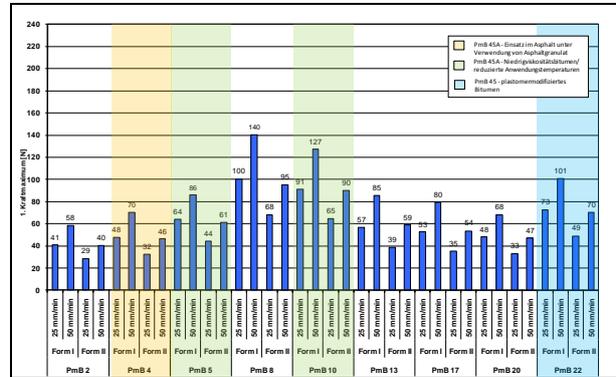


Bild 71: Kraftmaximum (1. Kraftmaximum) (Temperatur: 10°C)

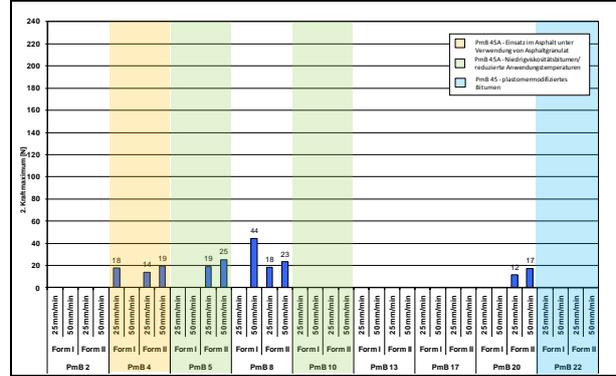


Bild 72: Kraftmaximum (2. Kraftmaximum) (Temperatur: 10°C)

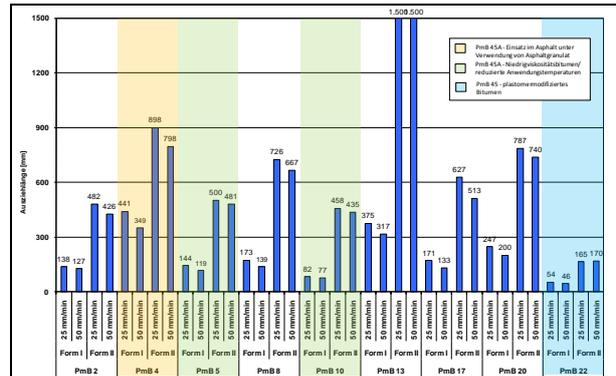


Bild 73: Ausziehlänge (Temperatur: 10°C)

Die untersuchten fünf unterschiedlichen Produkte des PmB 45A (25-55/55A) weisen teilweise sehr große Unterschiede in den Ergebnissen (Formänderungsarbeit, 1. Kraftmaximum und Ausziehlänge - Bild 70 bis Bild 73) auf, fast alle Bitumen (außer PmB 02, PmB 10, PmB 17 und PmB 22) erfüllen aber bei der Versuchsdurchführung nach DIN EN 13589 die Anforderung ($\geq 3 \text{ J/cm}^2$ bei 5°C) der TL Bitumen-StB [16].

Die zwei PmB 45A – WM (PmB 06 und PmB 10) für reduzierte Anwendungstemperaturen als auch das PmB 45A – AG (PmB 04) für den Einsatz in Asphalt unter Verwendung von Asphaltgranulat unterscheiden sich anhand der Kenndaten aus der Kraftduktilitätsprüfung nicht wesentlich von den anderen geprüften PmB 45A. Auch die Kurvenverläufe sind bei jeweiligen Prüftemperaturen kaum anders als die der anderen PmB 45A, nur das PmB 10 zeigte bereits kurz nach Versuchsbeginn bei der Prüfung bei 5°C mit der Form II und einer Ausziehgeschwindigkeit von 50 mm/min einen Riss der zum Versuchsabbruch führte.

Das plastomermodifizierte PmB 45 (PmB 22) erreicht erst bei einer Prüftemperatur von 15°C eine Ausziehlänge von $> 200 \text{ mm}$, erreicht aber auch bei dieser Temperatur nicht die Mindest-Ausziehlänge von 400 mm für die Auswertung gemäß DIN EN 13703. Auch hinsichtlich des 1. Kraftmaximums weist das PmB 22 keine wesentlich höheren Werte als die anderen PmB 45A auf.

Bei einigen PmB 45A (vier der untersuchten acht elastomermodifizierten Bitumen) konnte, allerdings im Gegensatz zu den Ergebnissen der PmB 25A unabhängig von der Prüftemperatur, der Ausziehgeschwindigkeit und der Probekörperform ein 2. Kraftmaximum registriert werden.

8.6 Ergebnisse für das PmB 65A (45/80-50A)

In diesem Abschnitt werden die Ergebnisse für das PmB 65A (45/80-50A) der verschiedenen Hersteller bei der Prüftemperatur von 5°C zusammengestellt.

Die registrierten Werte bei 5°C sind bei Beibehaltung der Randbedingungen der DIN EN 13589 für die Messung auch im Bereich von 200 bis 400 mm auswertbar. Bei Verwendung der Form mit verjüngtem Steg (Form I) wird bei 5°C keine ausreichend große Ausziehlänge für eine Auswertung erreicht.

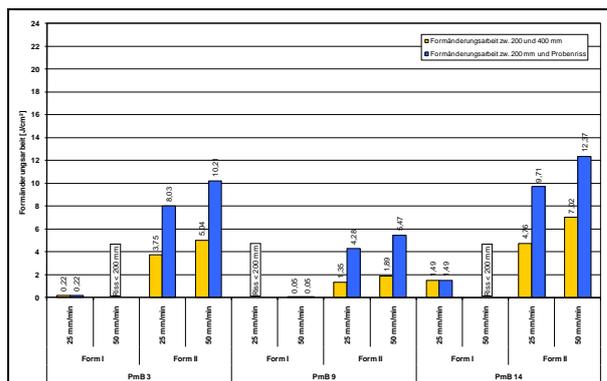


Bild 74: Formänderungsarbeit zwischen 200 und 400 mm sowie 200 mm und dem Probenriss (Temperatur: 5°C)

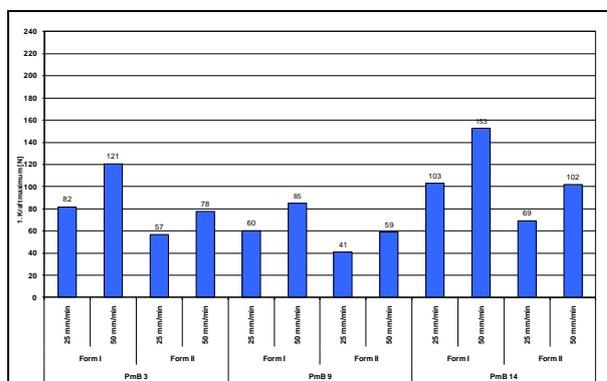


Bild 75: Kraftmaximum (1. Kraftmaximum) (Temperatur: 5°C)

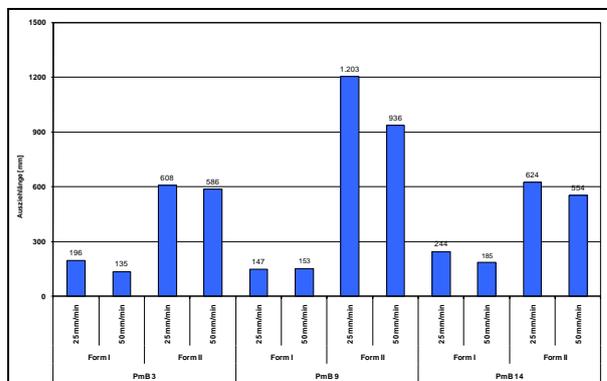


Bild 76: Ausziehlänge (Temperatur: 5°C)

Die drei untersuchten PmB 65A lassen sich bereits bei der Prüftemperatur von 5°C und Verwendung der Form II (dann aber unabhängig von der Ziehgeschwindigkeit) bis zu einer Länge von größer als 400 mm ausziehen, so dass eine Auswertung gemäß DIN EN 13703 möglich ist. Bis auf ein Bitumen erfüllen die anderen beiden die Anforderungen der TL Bitumen-StB 07. Das eine Bitumen erfüllt diese Anforderung bei 5°C von 2 J/cm^2 nur knapp nicht. Allerdings weist dieses Bitumen bei 5°C die größte Ausziehlänge, aber im Vergleich zu den anderen beiden die geringsten Kräfte auf. Des Weiteren konnte im Gegensatz zu den beiden anderen Bitumen, bei diesem kein 2. Kraftmaximum registriert werden.

Bei einer Prüftemperatur von 10°C würde von zwei Bitumen auch noch die Anforderung von 2 J/cm² erfüllt werden, allerdings verringert sich bei der höheren Prüftemperatur das 1. Kraftmaximum fast um die Hälfte, während sich die Ausziehlänge wesentlich erhöht. Bei einer weiteren Erhöhung der Prüftemperatur um 5 K auf 15°C reduziert sich das aufgezeichnete 1. Kraftmaximum im Vergleich zur Prüfung bei 10°C noch einmal fast um die Hälfte.

Unabhängig von der Prüftemperatur kann wie auch bei den anderen Bitumen festgestellt werden, dass bei der Prüfung mit der Form I im Vergleich zur Form II zwar die größeren Werte beim 1. Kraftmaximum registriert werden, aber die Ausziehlängen bei der Form I, auch unabhängig von der Ziehgeschwindigkeit, wesentlich geringer als bei der Prüfung mit der Form II sind.

Bei der niedrigeren Ausziehgeschwindigkeit von 25 mm/min kann auch bei dem PmB 65A wie bei allen anderen Bitumen beobachtet werden, dass sich im Vergleich zur Ausziehgeschwindigkeit mit 50 mm/min zwar die Ausziehlänge erhöht, aber aufgrund der geringeren 1. Kraftmaxima die Formänderungsarbeit im Allgemeinen geringer als bei der höheren Ziehgeschwindigkeit ist.

8.7 Ergebnisse für das PmB 130A (120/200-40A)

In diesem Abschnitt werden die Ergebnisse für das PmB 130A (120/130-40A) der verschiedenen Hersteller bei der Prüftemperatur von 5°C zusammengestellt.

Anhand der Ergebnisse sollte die Prüftemperatur von 5°C die Obergrenze für die Prüfung der PmB 130A darstellen, da aufgrund der geringen Viskosität die registrierten Signale bei Messungen mit höheren Temperaturen noch geringer werden, wodurch möglicherweise die Reproduzierbarkeit der Messungen leidet. Denn bereits bei einer Prüftemperatur von 10°C werden bei den beiden untersuchten Bitumen bei der Prüfung mit der Form II keine Werte beim 1. Kraftmaximum von über 10 N erreicht, was bei den PmB 45A und auch PmB 65A erst bei der Prüftemperatur von 15°C registriert wurde. Auch werden bei beim PmB 130A bereits bei der Prüftemperatur von 0°C Ausziehlängen von mehr als 400 mm und bei der Prüfung mit der Form II sogar Ausziehlängen von größer 1500 mm erreicht.

Gemäß den TL Bitumen-StB 07 gilt die Anforderung von $\geq 2 \text{ J/cm}^2$ hinsichtlich der Formänderungsarbeit bei einer Prüftemperatur von 0°C.

Allerdings ist dies bei der Prüfung im „reinen“ Wasserbad schwierig einzustellen. Bei der Prüfung bei 5°C wird die Anforderung an die Formänderungsarbeit von beiden untersuchten Bitumen nicht erfüllt.

Bei der Prüfung mit der Form II konnte, wenn auch nur im geringen Maße, vor allem bei 5°C bei beiden Bitumen unabhängig von der Ziehgeschwindigkeit ein 2. Kraftmaxima registriert werden.

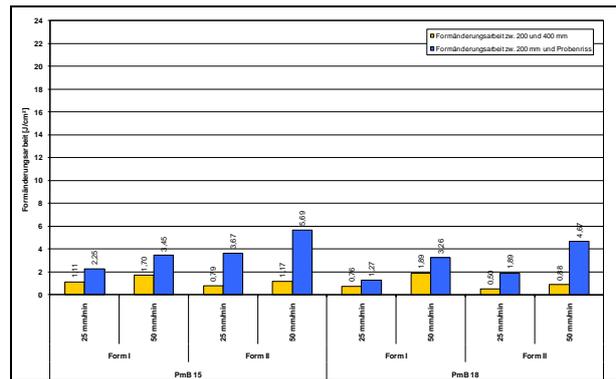


Bild 77: Formänderungsarbeit zwischen 200 und 400 mm sowie 200 mm und dem Probenriss (Temperatur: 5°C)

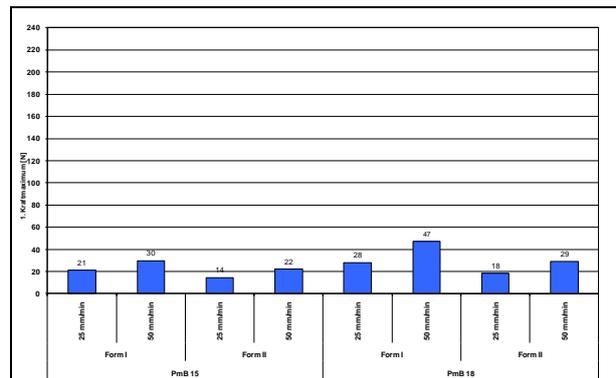


Bild 78: Kraftmaximum (1. Kraftmaximum) (Temperatur: 5°C)

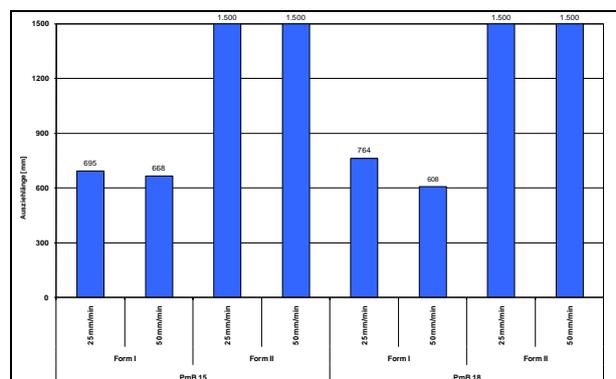


Bild 79: Ausziehlänge (Temperatur: 5°C)

8.8 Ergebnisse für das PmB 40/100-65H (40/100-65A)

In diesem Abschnitt werden die Ergebnisse für das PmB 40/100-65H (40/100-65A) der verschiedenen Hersteller bei der Prüftemperatur von 5°C zusammengestellt.

Die aufgezeichneten Werte der PmB 40/100-65H zeigen, dass alle untersuchten Bitumen die Anforderung von mindestens 3 J/cm² an die Formänderungsarbeit der TL Bitumen-StB 07 bei 5°C erfüllen. Allerdings hängt die registrierte Formänderungsarbeit bis Probenriss sehr stark von der Höhe des 1. und 2. Kraftmaximums ab. Während die Proben der PmB 11, PmB 19 und PmB 21 bei 5°C ein ähnliches Verhalten bei der Kraftduktilitätsprüfung hinsichtlich des Niveaus der Kraftmaxima und Ausziehlänge aufweisen, zeigt das PmB 06 die höchsten Kräfte, aber auch den kürzesten Ausziehweg, während sich das PmB 16 bzgl. der Kraft zwischen den vier polymermodifizierten Bitumen befindet, aber die größte Ausziehlänge aufweist.

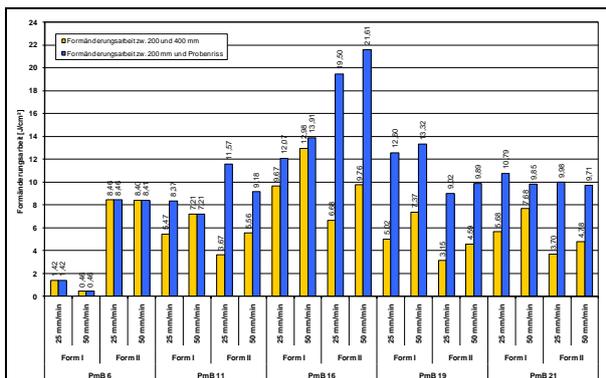


Bild 80: Formänderungsarbeit zwischen 200 und 400 mm sowie 200 mm und dem Probenriss (Temperatur: 5°C)

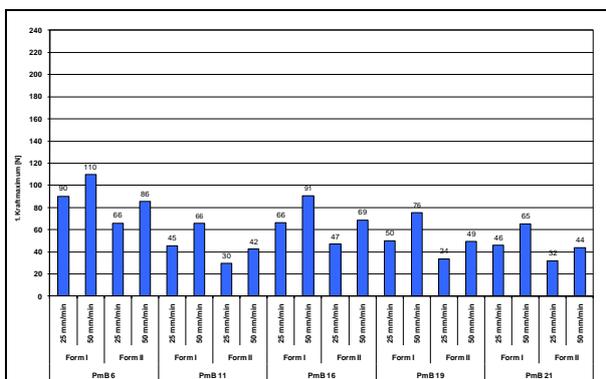


Bild 81: Kraftmaximum (1. Kraftmaximum) (Temperatur: 5°C)

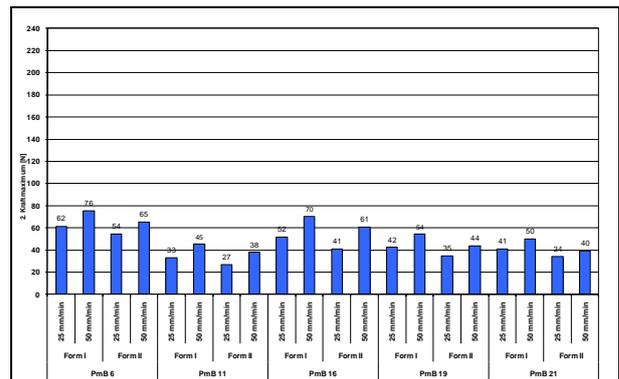


Bild 82: Kraftmaximum (2. Kraftmaximum) (Temperatur: 5°C)

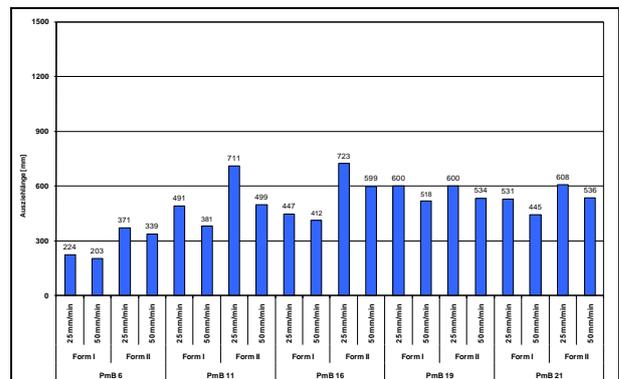


Bild 83: Ausziehlänge (Temperatur: 5°C)

Alle fünf untersuchten Proben der höher polymermodifizierten Bitumen weisen bei 5°C ein zweites Kraftmaximum und einen Riss bei der 2. Maximalkraft auf. Auch bei der Prüftemperatur von 10°C und 15°C reißen die Proben beim Erreichen des zweiten Kraftmaximums, außer wenn die Ausziehlänge der Proben das Maximum des Prüfgerätes von 1500 mm erreichen. Bei der Temperatur von 10°C und der Prüfung mit der Form II überschreiten in den meisten Fällen die registrierten zweiten Kraftmaxima die Werte der ersten Kraftmaxima.

Allerdings ist bei einer Temperatur von 15°C und bereits auch bei 10°C die Formänderungsarbeit im Bereich zwischen 200 und 400 mm aufgrund der relativ geringen ersten und zweiten Kraftmaxima sehr niedrig, während die Formänderungsarbeiten bis zum Probenriss wesentlich höher sind. Dies ist vor allem begründet durch die Erhöhung der Ausziehlänge mit zunehmender Temperatur, aber auch durch die Ausziehlänge bei der das zweite Kraftmaxima auftritt. In den meisten Fällen wird das zweite Kraftmaximum erst nach der Ausziehlänge 400 mm erreicht.

8.9 Ergebnisse der gealterten Bitumenproben

In diesem Abschnitt werden die Ergebnisse der vier polymermodifizierten Bitumen, die nach dem RTFOT-Verfahren gemäß DIN EN 12607-1 beansprucht wurden, bei der Prüftemperatur von 5°C, jeweils im Vergleich zu den unbeanspruchten Bitumen, zusammengestellt (Bild 84 bis Bild 87).

Bei den zwei gealterten PmB 45A (PmB 08 und PmB 13) ist auffallend, das sich nur die mit der Form II geprüften Proben des PmB 13 mehr als 200 mm ausziehen lassen. Alle anderen Proben rissen bereits zu Versuchsbeginn. Daher konnte auch für diese Parametervariation keine Formänderungsarbeit ermittelt sowie die Maximalkräfte bestimmt werden.

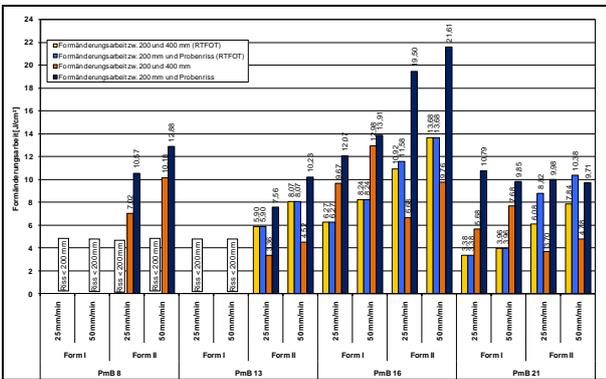


Bild 84: Formänderungsarbeit zwischen 200 und 400 mm sowie 200 mm und dem Probenriss (Temperatur: 5°C)

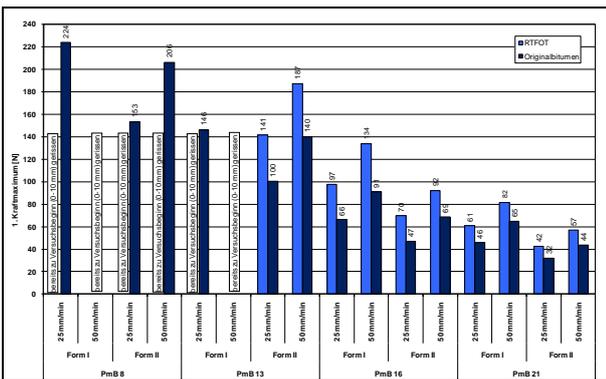


Bild 85: Kraftmaximum (1. Kraftmaximum) (Temperatur: 5°C)

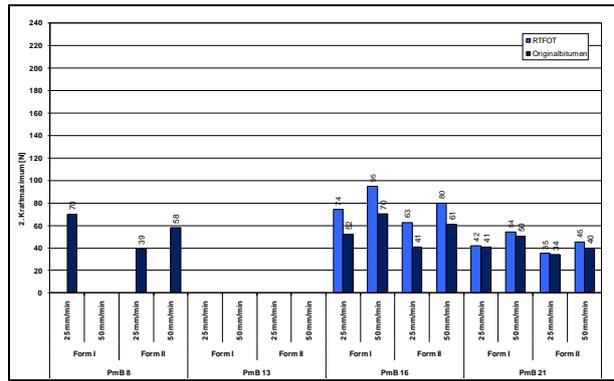


Bild 86: Kraftmaximum (2. Kraftmaximum) (Temperatur: 5°C)

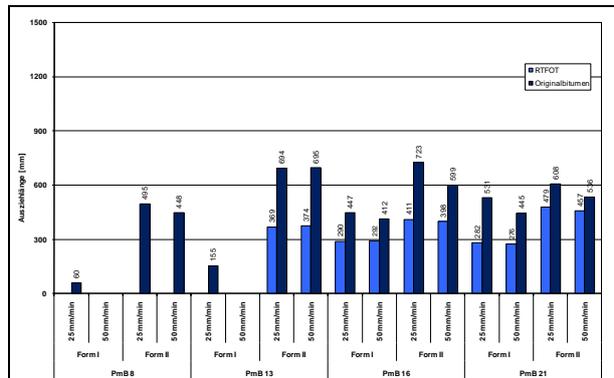


Bild 87: Ausziehlänge (Temperatur: 5°C)

Des Weiteren kann noch festgestellt werden, dass bei den Proben, die sich über 200 mm ausziehen lassen, nur noch eine Ausziehlänge von 50% bis ca. 66% im Vergleich zum Originalbitumen vorhanden ist. Die einzige Ausnahme bildet hierbei das PmB 21 das mit der Form II geprüft wurde, diese Proben erreichen auch im gealterten Zustand noch Werte über 400 mm, was sonst bei normkonformer Prüfung von keinem der anderen gealterten Bitumen erreicht wird.

Allerdings weisen die gealterten Proben sowohl beim ersten als auch beim zweiten Kraftmaximum höhere Werte als die Originalbitumen auf.

In Bezug auf die Formänderungsarbeit der gealterten Bitumen ist auffällig, dass bei den Proben die mit der Form I geprüft wurden die Formänderungsarbeit im Vergleich zum Originalbitumen abnimmt, während bei der Form II die Formänderungsarbeit bei den gealterten Proben im Vergleich zum Originalbitumen zunimmt (vgl. Bild 84). Dies kann allerdings nur bei den höher polymermodifizierten Bitumen (PmB 16 und PmB 21) registriert werden, da die beiden PmB 45A bei der Prüfung mit der Form I schon bei einer sehr geringen Dehnungslänge reisen.

8.10 Ergebnisse der polymermodifizierten Bitumenemulsionen

Die Ergebnisse der polymermodifizierten Bitumenemulsionen (PmOB) sind bei einer Prüftemperatur von 5°C nur für die Sorte U 60 K C2 (Bezeichnung, nach der die PmOB für das Projekt geliefert wurden; da die TL BE-StB 07 erst während der Projektlaufzeit veröffentlicht wurde) in **Bild 88** bis **Bild 90** dargestellt.

Die für die Herstellung der PmOB (Sorte: U 60 K C2) verwendeten Bitumen weisen im Vergleich zu den anderen PmB eine geringere Viskosität auf. Die registrierte Formänderungsarbeit als auch die Maximalkraft liegt zwischen der bei den PmB 130A und den PmB 65A jeweils bei einer Prüftemperatur von 5°C registrierten Werten.

Anforderungen hinsichtlich der Formänderungsarbeit, der aus den Bitumenemulsionen zurückgewonnenen Proben existieren gemäß TL BE-StB 07 nur für Bitumenemulsionen zur Herstellung des Schichtenverbundes mit $\geq 1 \text{ J/cm}^2$, allerdings ohne Angabe der Prüftemperatur. Des Weiteren sind die Ergebnisse der Kraftduktilitätsprüfung noch für rückgewonnene Bindemittel aus Bitumenemulsionen, die für die Herstellung von Dünnen Asphaltdeckschichten in Heißbauweise auf Versiegelung (DSH-V) sowie zur Herstellung von Dünnen Asphaltdeckschichten in Kaltbauweise (DSK) eingesetzt werden, anzugeben. Allerdings existiert bei diesen Einsatzbereichen keine Anforderung an die Formänderungsarbeit. Bei der Temperatur von 5°C erfüllt nur eine der im Diagramm dargestellten vier polymermodifizierten Bitumenemulsionen nicht die Anforderung von 1 J/cm^2 .

Bei der Verwendung der Form II werden selbst bei der Prüftemperatur von 5°C die Proben fast bis auf 800 mm gedehnt, zwei der polymermodifizierten Bitumen lassen sich bis zu der Maximallänge des Prüfgerätes von 1500 mm ausziehen, während sie bei der Prüfung mit der Form I in einem Fall (PmOB 08) nur etwas mehr als 100 mm erreichen.

Die bei der Prüfung registrierten Kräfte sind, wie bei allen anderen untersuchten Bitumen, bei der Form II geringer als bei Verwendung der Form I.

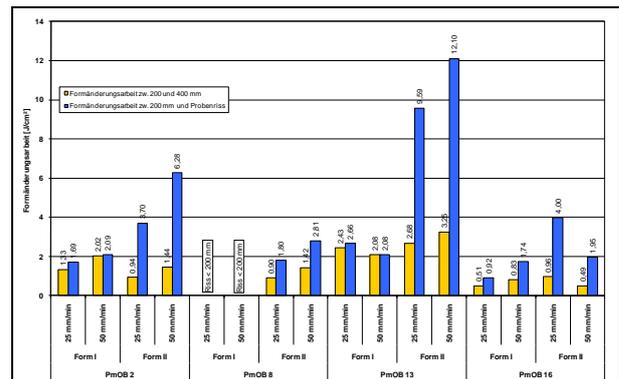


Bild 88: Formänderungsarbeit zwischen 200 und 400 mm sowie 200 mm und dem Probenriss (Temperatur: 5°C)

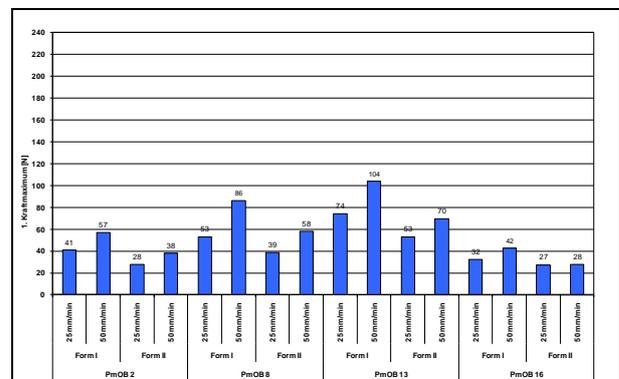


Bild 89: Kraftmaximum (1. Kraftmaximum) (Temperatur: 5°C)

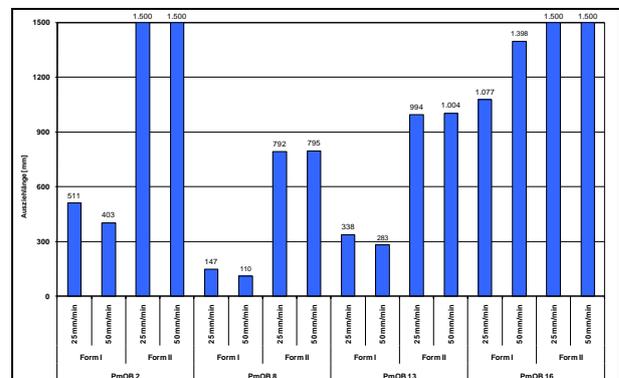


Bild 90: Ausziehlänge (Temperatur: 5°C)

8.11 Auffälligkeiten

Bei der Ermittlung der Kraftduktilität und Verwendung der Form mit verjüngtem Querschnitt gemäß DIN EN 13398 [8] kam es bei der Verwendung von polymermodifiziertem Bitumen mit hoher Viskosität (z.B. PmB 25A) und einer geringen Prüftemperatur (z.B. 5°C) des Öfferns direkt zu Versuchsbeginn zu einem Sprödbbruch bei allen drei Proben im Bereich der „Haltebacken“ der Probe (s. Bild 91) und nicht im mittleren Bereich der Probekörper, wo der Querschnitt am geringsten ist. Die Bruchstellen weisen eine glasartige Struktur auf (s.

Bild 92) und durch das Aufbringen von geringen Kräften quer zur Probe lässt sich der Steg auch sehr leicht aus der gegenüberliegenden „Haltebacke“ herausbrechen. Eine Vorschädigung der Proben durch das Entfernen der Seitenteile kann ausgeschlossen werden, da stets alle drei Proben gleichzeitig versagten.



Bild 91: Brüche bei Verwendung der Probekörperform mit verjüngtem Steg und der Prüfung von PmB mit hoher Viskosität bei 5°C



Bild 92: Brüche bei Verwendung der Probekörperform mit verjüngtem Steg und der Prüfung von PmB mit hoher Viskosität bei 5°C

Bei den Bitumenemulsionen wurde nach der Rückgewinnung bei einer Sorte festgestellt, dass diese nicht mehr aus der Dose gegossen und in die Formen für die Prüfung abgefüllt werden konnte, weil, nach Aussagen des Herstellers, die Probe ausvulkanisiert war (vgl. **Bild 93**). Von dieser Probe wurde seitens des Herstellers neues Material zur Verfügung gestellt.



Bild 93: Ausvulkanisierte Probe einer PmOB

9 Festlegungen von Prüfbedingungen für die Kraftduktilitätsprüfungen

Anhand der in Abschnitt 8.2 dargestellten Ergebnisse kann festgehalten werden, dass die Probekörperform mit geradem Steg (Form II) gemäß DIN EN 13589 der Probekörperform mit verjüngtem Steg (Form I) gemäß DIN EN 13398 vorzuziehen ist, da es trotz der höchsten Maximalkräfte bei der Form I bei niedrigen Temperaturen häufig zu einem vorzeitigen Probenriss kam und die Ausziehlänge wesentlich geringer als bei der Form II (Form mit geradem Steg) war, so dass in vielen Fällen eine Ermittlung der Formänderungsarbeit zwischen 200 mm und 400 mm Dehnungsweg gemäß der DIN EN 13703 bei Prüfung mit der Form I nicht möglich war, da die Proben die Ausziehlänge von 400 mm nicht erreichten. Dadurch kann die Form mit verjüngtem Steg (Form I), trotz der Verwendung für die elastische Rückstellung nach DIN EN 13398, nicht für den Einsatz bei der Kraftduktilitätsprüfung empfohlen werden.

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

Bezüglich der Temperatur sollte das Vorgehen der TL Bitumen-StB 07 bevorzugt werden, wo die Prüftemperatur entsprechend der Viskosität des Bindemittels gewählt wird. Während bei der Prüfung gemäß DIN EN 13589 diese bei 5°C beginnen sollte und bei Auftreten eines Sprödbruchs die Temperatur jeweils um 5 K zu erhöhen ist. Was in Ab-

hängigkeit von der Viskosität des Bitumens mehrfache Prüfungen inkl. Probenvorbereitung etc. beinhalten würde. Allerdings muss gemäß der TL Bitumen-StB 07 ein polymermodifiziertes Bitumen auch bei der definierten Prüftemperatur die Anforderung erfüllen und darf bei vorzeitigem Versagen nicht bei höheren Temperaturen noch mal geprüft werden. Auch würde ein vorzeitiges Reißen der Probe (Dehnungslänge < 400 mm) trotz bereits entsprechend großer Formänderungsarbeit zu einer „Ablehnung“ der Probe führen, da gemäß DIN 13589 die Prüfung bis zu einer Dehnung von 400 mm (1333%) durchzuführen ist. Daher wäre bei Auswertung gemäß DIN EN 13703 die Angabe einer weiteren Dehnungslänge als 200 mm (Mindestlänge), die aber kleiner als 400 mm ist, sinnvoll, bis zu der der Versuch bei entsprechender Formänderungsarbeit trotzdem „gültig“ ist.

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

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

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

Im Rahmen des Projektes war bei einigen polymermodifizierten Bitumen auch festzustellen, dass das zweite Kraftmaximum erst bei einer Dehnungslänge erreicht wird, die größer als 400 mm ist und

somit bei der Ermittlung der Formänderungsarbeit nach DIN EN 13703 nicht berücksichtigt wird. Daher wäre eine andere Möglichkeit der Auswertung, diese vom zweiten Kraftmaximum abhängig zu machen, wobei dann unterschiedliche Dehnungsbereiche der Bitumen bewertet werden würden.

10 Auswertung der Kraftduktilitätsprüfungen

10.1 Allgemeines

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

10.2 Normung

Bei der Auswertung der Kraftduktilitätskurven gemäß der DIN EN 13703 wird nur die Energie im Bereich von 200 bis 400 mm Ausziehlänge betrachtet; vgl. Bild 4. Das Ziel dieser abschnittswisen Bestimmung der Formänderungsarbeit war die Unterscheidung zwischen polymermodifizierten und nicht polymermodifizierten Bitumen, was mit der Auswertung nach den TL PmB [1] nicht möglich war. Denn in den TL PmB war die Auswertung bis zur Mindestduktilität vorgesehen, was allerdings keine Unterscheidung zwischen polymermodifizierten Bitumen und Standardbitumen erlaubte.

Durch die Auswertung der Formänderungsarbeit im Bereich von 200 mm bis 400 mm werden zwar alle Bitumen gleich behandelt, aber auf die besondere Charakteristik der einzelnen Kurvenverläufe (vgl. **Bild 94**) wird nicht eingegangen. Dadurch kann es passieren, dass bei einzelnen PmB das zweite Kraftmaximum gar nicht in die Auswertung einbezogen wird. Allerdings wird durch diese Art der Auswertung das erste Kraftmaximum, was hauptsächlich von der Viskosität des Bitumens beeinflusst wird und daher auch gut mit der Nadelpenetration korreliert, unberücksichtigt gelassen und somit nur der zweite bzw. mittlere Teil der Kraftduktilitätskurve bewertet.

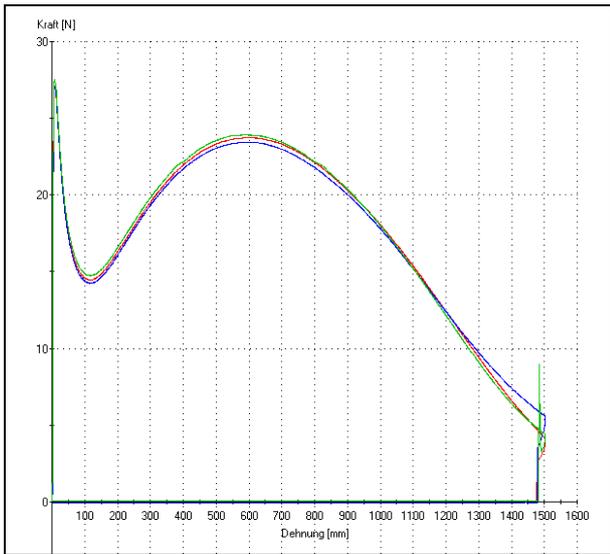


Bild 94: Verlauf einer KD-Kurve – 2. Kraftmaximum erst nach jeweils 400 mm Ausziehlänge

10.3 Weitergehende Auswertung der Kurven

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

a) In einer weitergehenden Auswertung wird die Kraftduktilitätskurve beispielsweise in zwei Bereiche unterteilt. Dabei wird unterschieden in den ersten Bereich (1. Kraftmaximum), der das Grundbitumen repräsentiert und den zweiten Bereich (nach dem 1. Kraftmaximum bis zum Probenriss), der die Modifizierung des Bitumens repräsentiert, vgl. **Bild 5**. Der erste Teil der Kurve ist bei Standardbitumen und polymermodifizierten Bitumen vergleichbar, während sich der Bereich nach dem ersten Kraftmaximum erheblich unterscheidet, so dass mit einem derartigen Verfahren auch die verschiedenen Bitumenarten einfach zu bewerten wären. Dabei kann zum einen für die beiden Bereiche die Formänderungsarbeit berechnet und anschließend ins Verhältnis gesetzt werden (vgl. **Bild 5**) oder die mittleren Kräfte der beiden Bereiche werden ins Verhältnis gesetzt (vgl. **Bild 95**).

Ein ständiges Problem ist dabei immer die Festlegung der beiden Bereiche, d.h. den Übergang zwischen diesen Bereichen. Dabei sollte beachtet werden, dass diese „Trennlinie“ unabhängig von dem Kurvenverlauf und der auswertenden Person immer einheitlich festgelegt wird. In dem **Bild 96** und dem **Bild 97** wird eine Möglichkeit der Festlegung des Grenzbereiches dargestellt. Dabei werden jeweils Tangenten in den beiden Teilbereichen

an die Kurve in Abhängigkeit von deren Verlauf angelegt und die Grenze anhand des Schnittpunktes der beiden Tangenten ermittelt.

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

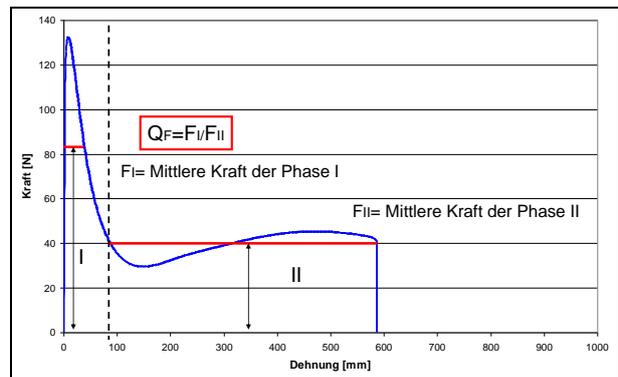


Bild 95: Möglichkeit der Auswertung anhand der Verhältnisse der Kräfte der beiden Bereiche [21]

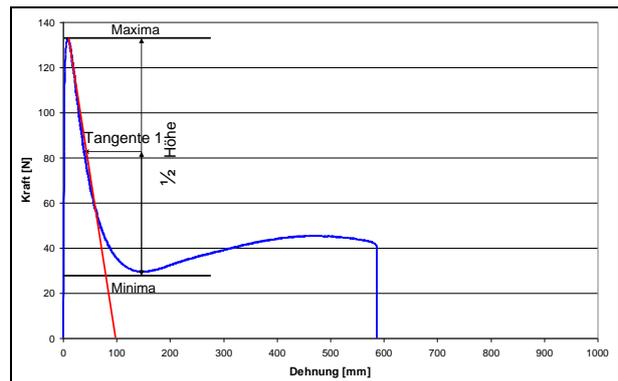


Bild 96: Beispiel für die Festlegung der Grenze zwischen den Teilbereichen (erster Bereich) [21]

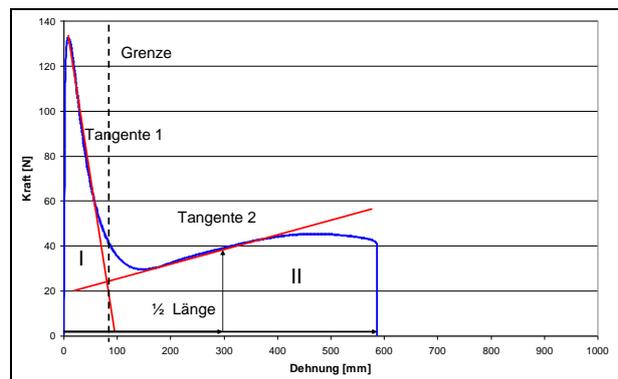


Bild 97: Beispiel für die Festlegung der Grenze zwischen den Teilbereichen (zweiter Bereich) [21]

Diese Vorgehensweise mit der Festlegung von zwei Tangenten anhand der in **Bild 96** und **Bild 97** vorgestellten Vorgehensweise ist nur bei Kraftduktilitätsverläufen anwendbar, die ein zweites Kraftmaximum aufweisen. Denn nur durch das zweite

Kraftmaximum kann sich zwischen den beiden Maxima ein Minimum ausbilden, welches für die Bestimmung von Tangente 1 notwendig ist. Des Weiteren kann es bei der Festlegung der Tangente 2 bei sehr großen Dehnungen der Proben zu einer negativen Steigung der Tangente kommen, was wiederum zu einem Schnittpunkt mit Tangente 1 im negativen Dehnungsbereich führt. Dies ist aber nur der Fall bei negativen Steigungen der Tangente 2 die sich überwiegend bei hohen Prüftemperaturen (10°C bzw. 15°C) und entsprechend großen Dehnungswegen der Proben einstellen. Somit wäre es günstiger die Bestimmung der Tangente 1 anhand „fester“ Vorgaben, z.B. Dehnungslänge oder prozentualer Anteil der Maximalkraft, vorzunehmen.

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

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

Im Rahmen einer Diplomarbeit am Institut für Straßenwesen der RWTH Aachen [22] wurde mit Hilfe der Kraftduktilitätsprüfungen nach einer Möglichkeit der Differenzierung zwischen gealterten Normbitumen und Sonderbitumen gesucht. Dabei wurden auch verschiedene Möglichkeiten der Differenzierung zwischen den einzelnen Bitumen untersucht. Dazu gehören beispielsweise:

- Verhältnis der beiden Kraftmaxima (soweit vorhanden)
- Verhältnis der Formänderungsarbeit bis 400 mm und der Formänderungsarbeit bis 200 mm
- Verhältnis der Formänderungsarbeit zwischen 200 und 400 mm und der Formänderungsarbeit bis 200 mm

Des Weiteren wurde versucht, die Empfindlichkeit der Bestimmung der Grenze zwischen den beiden Teilbereichen durch „händische“ Auswertung von verschiedenen Probanden zu ermitteln.

Anhand der unterschiedlichen Verfahren konnten Grenzwerte für die Unterscheidung zwischen den Bitumenarten ermittelt werden.

c) Eine andere und relativ einfache Möglichkeit der Ermittlung der Grenze zwischen den beiden Teilbereichen stellt die Ermittlung der Steigung - anhand der der 1. Ableitung - des Kraftverlaufes

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

Anhand des in **Bild 98** dargestellten Kraftverlaufes - ausgeprägtes Tal zwischen den beiden Kraftmaxima - wäre die Ermittlung der Grenze relativ einfach. Diese würde durch das Minimum der Kraft zwischen 100 und 200 mm Ausziehlänge charakterisiert. Bei Kurvenverläufen die über kein ausgeprägtes 2. Kraftmaxima verfügen, sondern eventuell eine konstante Kraft über die Dehnungslänge aufweisen, würde eine derartige „händische“ Auswertung nicht weiterhelfen, da der „optisch“ in Frage kommende Bereich relativ groß ist. Aber auch bei derartigen Kurvenverläufen lässt sich anhand der Steigung eine Grenze eindeutig festlegen, vgl. **Bild 99** bis **Bild 101**.

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

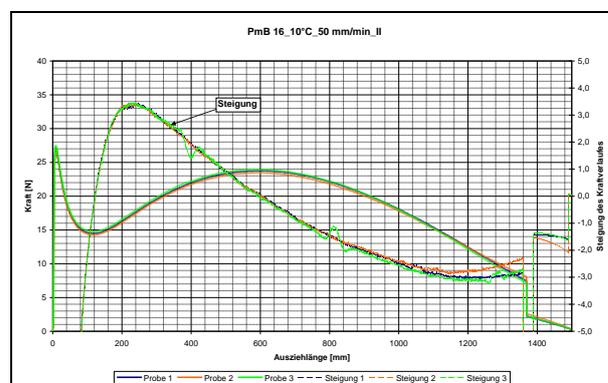


Bild 98: Beispiel für die Ermittlung der Steigung des Kraftverlaufes (PmB 16)

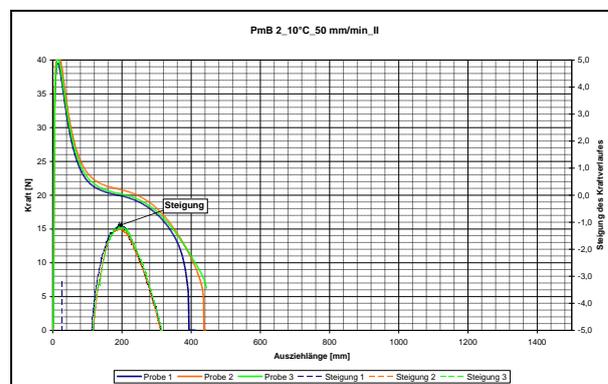


Bild 99: Beispiel für die Ermittlung der Steigung des Kraftverlaufes (PmB 2)

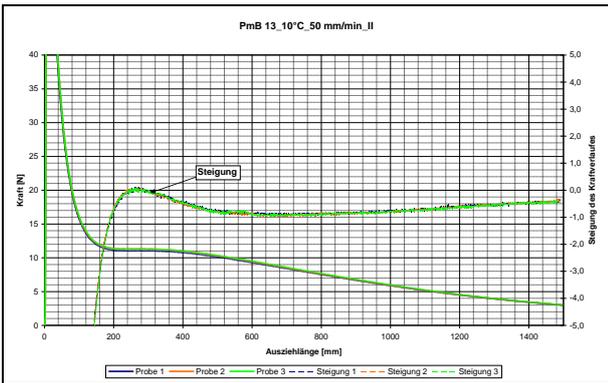


Bild 100: Beispiel für die Ermittlung der Steigung des Kraftverlaufes (PmB 13)

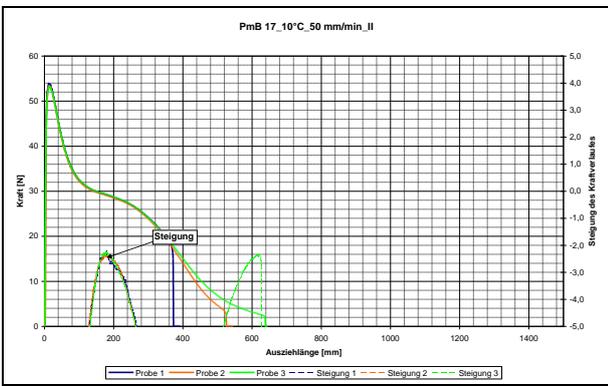


Bild 101: Beispiel für die Ermittlung der Steigung des Kraftverlaufes (PmB 17)

Des Weiteren könnte auch die 2. oder 3. Ableitung des Kurvenverlaufes die Möglichkeit hinsichtlich einer einfacheren Interpretation oder Aufteilung in Teilbereiche liefern.

Ebenso könnte sich die Darstellung der Flächenzunahme als hilfreich bei der Trennung der Kurve in zwei Abschnitte erweisen. Dabei könnte beispielsweise der „Trennpunkt“ anhand der Flächenzunahme über den Verlauf der Kurve festgelegt werden, vgl. **Bild 102**.

Eine weitere Möglichkeit hinsichtlich der Betrachtung der Fläche unter der Kurve bzw. der Arbeit bietet die Multiplikation des jeweiligen Dehnweges mit der jeweils vorhandenen Kraft. Die resultierenden Kurven bieten die Möglichkeit beispielsweise anhand des Wendepunktes die Grenze zwischen dem ersten und dem zweiten Teil der Kurve festzulegen, vgl. **Bild 103**.

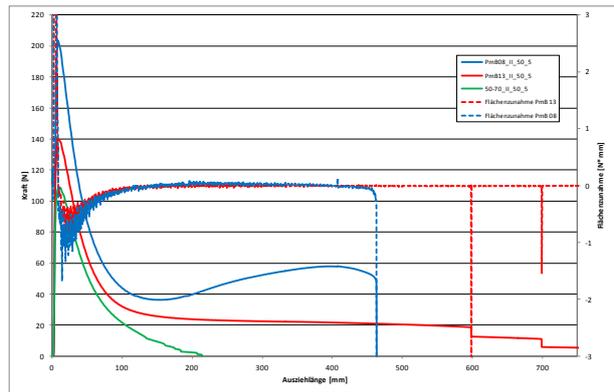


Bild 102: Beispiel für den Verlauf der „Flächenzunahme“ (PmB 08 und PmB 13)

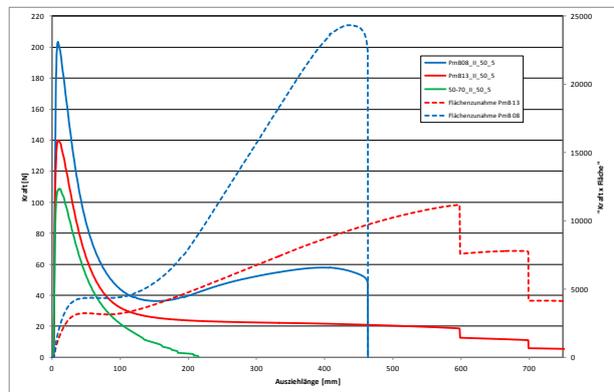


Bild 103: Beispiel für den Verlauf von „Weg x Kraft“ (PmB 08 und PmB 13)

d) Da sich ein polymermodifiziertes Bitumen grundsätzlich aus einem Grundbitumen (Standardbitumen) und unterschiedlichen Anteilen der verschiedenen Polymere zusammensetzt, kann auch der Kurvenverlauf bzw. die Formänderungsarbeit eines Standardbitumens von der Formänderungsarbeit eines polymermodifizierten Bitumens abgezogen werden, um den Einfluss der Polymere zu ermitteln. In **Bild 104** ist die Fläche für ein Standardbitumen und zwei unterschiedliche polymermodifizierte Bitumen (PmB 45A) dargestellt. Daran lässt sich erkennen, dass die Fläche der Normbitumen sich innerhalb der Flächen der polymermodifizierten Bitumen befindet und somit eine Teilfläche dieser darstellt. Ausgehend von dieser „Idee“ könnten für die Standardbitumen (unabhängig von der Sorte) für jede Temperatur Formänderungsarbeiten ermittelt und festgelegt werden, die dann von den Kurven der polymermodifizierten Bitumen abgezogen werden.

e) Eine andere Möglichkeit stellt die Festlegung einer „Masterkurve“ für die Standardbitumen dar, mit welcher die Formänderungsarbeit in Abhängigkeit von der Temperatur und dem ersten Kraftmaximum des polymermodifizierten Bitumens ermittelt werden kann, das wiederum von der Formände-

rungsarbeit der polymermodifizierten Bitumen abgezogen wird.

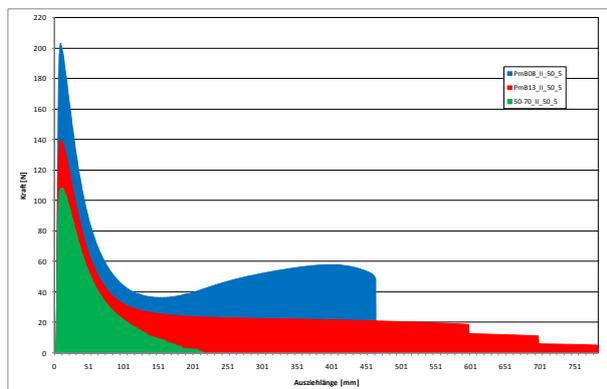


Bild 104: Flächen unterhalb der Kraftduktilitätskurven für ein Normbitumen und zwei verschiedene PmB 45A

Da aber die verschiedenen Bitumenhersteller bei der Produktion von polymermodifizierten Bitumen unterschiedliche Standardbitumen verwenden, ist die Bestimmung von „Masterkurven“ für die Standardbitumen nicht sinnvoll. Vor allem auch, weil sich die Kennwerte der Kraftduktilitätskurven, wie Dehnungslänge, 1. Kraftmaximum und Formänderungsarbeit, selbst innerhalb einer Bitumensorte bei verschiedenen Herstellern teilweise erheblich unterscheiden, vgl. Abschnitt 8.3.

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

Dazu könnte der erste Teil des Kurvenverlaufes als Exponentialfunktion betrachtet werden, bei der das erste Kraftmaximum, die Dehnung als auch die Temperatur berücksichtigt werden. Durch HIRSCH [26] konnte gezeigt werden, dass durch die Anwendung der Exponentialfunktion generell der Kurvenverlauf auch rechnerisch gut nachgebildet werden kann. Wobei bei einigen Proben diese „Nachrechnung“ nicht funktioniert bzw. zu weit vom gemessenen Kurvenverlauf abweicht. Diese „Nachrechnung“ ist im Temperaturbereich anwendbar, in dem viskoses Fließen auftritt. Eine Begrenzung erfolgt dabei durch die Eigenverformung bei hohen Temperaturen und die Rissbildung bei niedrigen Temperaturen. Aufgrund der Erfahrungen, dass bei den meisten Standardbitumen das Verhältnis zwischen Formänderungsarbeit und Maximalkraft in einem Temperaturbereich von ca. 10 bis 20°C als konstant angesehen werden kann, ist es möglich, über die Maximalkraft der

polymermodifizierten Bitumen den Anteil der Grundbitumen an der Formänderungsarbeit zu bestimmen. Bei einer Temperatur von 20°C wurde dafür die folgende Formel ermittelt: $E = 0,012 \cdot F_{\max}$. Allerdings muss diese Formel auch bei den im Rahmen dieses Projektes untersuchten Bitumen sowie auch Temperaturen nachgeprüft werden.

11 Interpretation des Verlaufes der Kraftduktilitätskurven

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

Auswertung anhand von Teilbereichen, die aufgrund der Steigung festgelegt wurden

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

Im **Bild 105** sind die Grenzen sowie die gesamte Ausdehnung der Einzelproben der fünf untersuchten PmB 45A dargestellt. Dadurch lässt sich zeigen, dass die ermittelte Grenze zwischen den beiden Bereichen im Allgemeinen keine großen Streuungen zwischen den einzelnen Proben bzw. zwischen den Proben verschiedener Hersteller aufweist, i.A. liegt die Grenze bei diesen Bitumen zwischen 180 mm und 260 mm Dehnungslänge. Somit sind auch aus diesem Kennwert keine großen Einflüsse auf die berechnete Energie des 1. Teilbereiches zu erwarten. Die Energie des 2. Teilbereiches wird in sehr großem Maße durch die Ausdehnung bis zum Probenriss beeinflusst (vgl. **Bild 105** und **Bild 106**). Bei sehr großer Dehnungslänge (z.B. PmB 13) ist die Formänderungsarbeit der 2. Phase wesentlich größer als die der 1. Phase, während bei kürzeren Ausdehnungen

(ca. 400 mm) die Formänderungsarbeiten der beiden Phasen nahezu gleich sind.

In dem **Bild 107** sind die berechneten Energien der beiden Teilbereiche für zwei verschiedene polymermodifizierte Bitumen - ein PmB 45A und PmB H - des gleichen Herstellers dargestellt. Dadurch lässt sich die Wirkung der Polymere, die beim PmB H hauptsächlich den zweiten Bereich des Kurvenverlaufes beeinflussen, gegenüber dem PmB 45A verdeutlichen. Auch bei der Bildung des Verhältniswertes (I) / (II) wird anhand des niedrigen Wertes des PmB H die „stärkere“ Wirkung der eingesetzten Polymere in der 2. Phase im Vergleich zum PmB 45A deutlich (vgl. **Bild 108**).

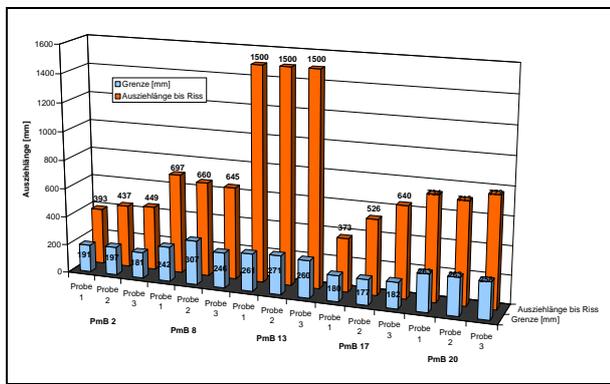


Bild 105: Grenze zwischen den Teilbereichen und Ausziehlänge bis zum Probenriss - Einzelwerte (Temperatur: 10°C)

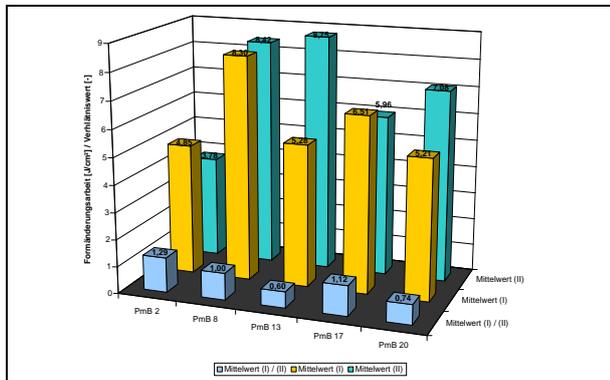


Bild 106: Berechnete Formänderungsarbeiten der Teilbereiche (I) und (II) sowie Verhältnis der Formänderungsarbeiten – Mittelwerte (Temperatur: 10°C)

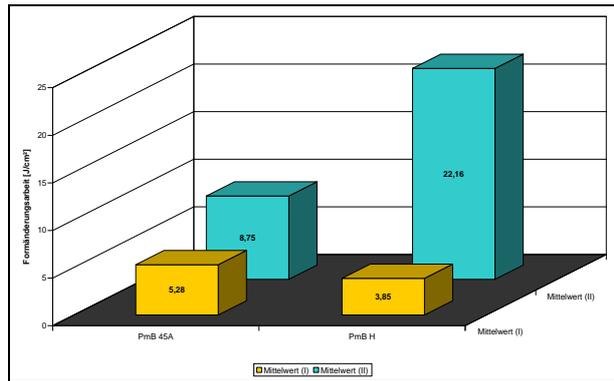


Bild 107: Brüche bei Verwendung der Probekörperform mit Verjüngendem Steg und der Prüfung von hartem PmB bei 5°C

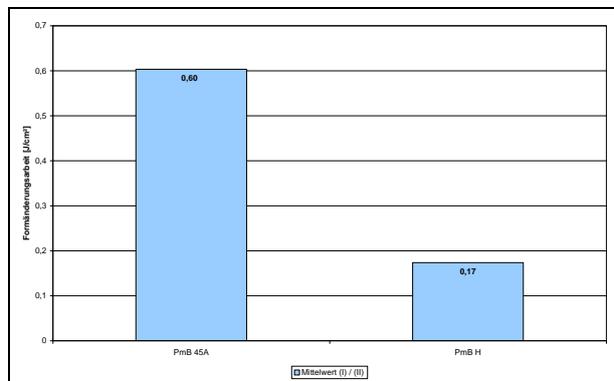


Bild 108: Mittelwerte des Quotienten I/II für PmB 45A und PmB 40/100-65H

12 Zusammenfassung

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

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

Der Prüftemperatur wird neben der Probekörperform der größte Einfluss zugerechnet. Bereits in einer Untersuchung von ANGST [10] konnte ge-

zeigt werden, dass eine Änderung der Temperatur um 2 K bereits einen erheblichen Einfluss auf die ermittelte Energie hat.

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

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

Bezüglich der Temperatur sollte das Vorgehen der TL Bitumen-StB 07 bevorzugt werden, wo die Prüftemperatur entsprechend der Viskosität des Bindemittels gewählt wird. Während bei der Prüfung gemäß DIN EN 13589 diese bei 5°C beginnen sollte und bei Auftreten eines Sprödbruchs die Temperatur jeweils um 5 K zu erhöhen ist. Was in Abhängigkeit von der Viskosität des Bitumens mehrfache Prüfungen inkl. Probenvorbereitung etc. beinhalten würde. Allerdings muss gemäß der TL Bitumen-StB 07 ein polymermodifiziertes Bitumen auch bei der definierten Prüftemperatur die Anforderung erfüllen und darf bei vorzeitigem Versagen nicht bei höheren Temperaturen noch mal geprüft werden. Auch würde ein vorzeitiges Reißen der Probe (Dehnungslänge < 400 mm) trotz bereits entsprechend großer Formänderungsarbeit zu einer „Ablehnung“ der Probe führen, da gemäß DIN 13589 die Prüfung bis zu einer Dehnung von 400 mm (1333%) durchzuführen ist. Daher wäre bei Auswertung gemäß DIN EN 13703 die Angabe einer weiteren Dehnungslänge als 200 mm (Mindestlänge), die aber kleiner als 400 mm ist, sinnvoll, bis zu der der Versuch bei entsprechender Formänderungsarbeit trotzdem „gültig“ ist.

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

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

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

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

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

Für die genauere Interpretation der Kraftduktilitätskurven sowie ggf. Unterscheidung der einzelnen Sorten ist eine Aufteilung der Kurve in zwei Teilbereiche unumgänglich. Allerdings konnte bisher noch kein Verfahren identifiziert werden, mit dem

dies eineindeutig möglich ist. Vor allem weil die in der Praxis auftretende Spannbreite der Ergebnisse bei einer einzelnen Sorte bereits recht groß ist, daher nicht immer auszuschließen ist, dass sich die Randbereiche der einzelnen Sorten nicht überschneiden.

Um die einzelnen Sorten anhand der Prüfergebnisse unterscheiden bzw. differenzieren zu können, sind die Prüfungen bei einheitlichen Temperaturen unabhängig von der Bitumensorte notwendig, da sich mit der Änderung der Temperatur auch der Kurvenverlauf und somit die Kennwerte ändern.

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

Literatur

- [1] FGSV: Technische Lieferbedingungen für gebrauchsfertige polymermodifizierte Bitumen (TL PmB); Köln; 2001.
- [2] DIN EN 14023: Bitumen und Bitumenhaltige Bindemittel – Rahmenwerk für die Spezifikation von polymermodifizierten Bitumen; Januar 2006.
- [3] DIN EN 13808: Bitumen und bitumenhaltige Bindemittel – Rahmenwerk für die Spezifizierung kationischer Bitumenemulsionen; Juli 2005.
- [4] DIN EN 13588: Bitumen und bitumenhaltige Bindemittel – Bestimmung der Kohäsion von bitumenhaltigen Bindemitteln mit der Pendelprüfung; April 2004.
- [5] DIN EN 13587: Bitumen und bitumenhaltige Bindemittel – Bestimmung der Streckeigenschaften von bitumenhaltigen Bindemitteln mit dem Zugprüfverfahren; März 2004.
- [6] DIN EN 13589: Bitumen und bitumenhaltige Bindemittel – Bestimmung der Streckeigenschaften von modifiziertem Bitumen mit dem Kraft-Duktilitäts-Verfahren; Juni 2008.
- [7] DIN EN 13074: Bitumen und bitumenhaltige Bindemittel – Rückgewinnung des Bindemittels aus Bitumenemulsionen durch Verdunstung; November 2002.
- [8] DIN EN 13398: Bitumen und bitumenhaltige Bindemittel – Bestimmung der elastischen Rückstellung von polymermodifiziertem Bitumen; März 2004.
- [9] DIN EN 13703: Bitumen und bitumenhaltige Bindemittel – Bestimmung der Formänderungsarbeit; März 2004.
- [10] ANGST, C.: Optimierung der Kraft-Duktilitätsprüfung von polymermodifizierten Bitumen (PmB); in: Straße und Autobahn, Heft 4, S. 203-210; Bonn; 2002.
- [11] RENKEN, P., HAGNER, T., FEßER, A.: Veränderung der Eigenschaften polymermodifizierter Bitumen während Herstellung, Lagerung, Transport und Einbau von Asphaltmischgut; Forschung Straßenbau und Straßenverkehrstechnik, Heft 809; Bonn, 2001.
- [12] HIRSCH, V.: Neue Methoden zur Ansprache des Gebrauchsverhaltens von Bindemitteln, in: Straße und Autobahn, Heft 12, S. 706-710; Bonn; 2005.
- [13] NICHOLLS, C. et al.: Analysis of Available Data for Validation of Bitumen Tests, Report on Phase 1 of the BiTVal Project
- [14] prEN 13589: Bitumen und bitumenhaltige Bindemittel – Bestimmung der Streckeigenschaften von modifiziertem Bitumen mit dem Kraft-Duktilitäts-Verfahren (Entwurf); Oktober 2007.
- [15] prEN 13074-1: Bitumen and bituminous binders – Recovery of binder from bituminous emulsion or cut-back or fluxed bitumen by evaporation; September 2007.
- [16] FGSV: Technische Lieferbedingungen für Straßenbaubitumen und gebrauchsfertige polymermodifizierte Bitumen (TL Bitumen-StB 07); Ausgabe 2007; Köln; 2008.
- [17] DIN 52013: Bitumen und bitumenhaltige Bindemittel – Bestimmung der Duktilität; Juni 2007.
- [18] DIN EN 12594: Bitumen und bitumenhaltige Bindemittel – Vorbereitung von Untersuchungsproben; Juni 2007.
- [19] FGSV: Technische Lieferbedingungen für Bitumenemulsionen (TL BE-StB 07), Ausgabe 2007; Köln; 2008.
- [20] Wikipedia: <http://de.wikipedia.org/wiki/Fourier-Transformations-IR-Spektroskopie> (13.11.2008).
- [21] Hirsch, V.: Kraftduktilität - Eine einfache Methode der PmB-Charakterisierung?; Vortrag auf den Aachener Straßenbau- und Verkehrstagen 2004 (unveröffentlicht).
- [22] Probst, D.: Entwicklung einer Prüfsystematik zur Differenzierung zwischen gealtertem Normenbitumen und Sonderbindemitteln mit vergleichbarem Erweichungspunkt Ring und Kugel über 70°C; Diplomarbeit am Institut für STra-

ßenwesen der RWTH Aachen; Aachen; 2008 (unveröffentlicht).

- [23] DIN EN 12607-1: Bitumen und bitumenhaltige Bindemittel - Bestimmung der Beständigkeit gegen Verhärtung unter Einfluss von Wärme und Luft - Teil 1: RTFOT-Verfahren; Deutsche Fassung EN 12607-1:2007
- [24] Gores, F.: Bestimmung der mittleren Molmassen und der Molmassenverteilung von insgesamt 12 Bitumen-Proben mittels GPC-Viskositäts-Kopplung; Untersuchungsbericht vom 31.04.2009; PSS Mainz; 2009.
- [25] DIN EN 13589, Berichtigung 1: Bitumen und bitumenhaltige Bindemittel – Bestimmung der Streckeigenschaften von modifiziertem Bitumen mit dem Kraftduktilitäts-Verfahren; Oktober 2008.
- [26] HIRSCH, V.: Berechnung: Kraftduktilitätskurven nicht modifizierter Bitumen; Präsentation im Rahmen einer Betreuerkreissitzung des Forschungsprojektes FE 07.220/2007 am 24.06.2009.
- [27] Manke, R.: Möglichkeiten der Charakterisierung eines modifizierten Bindemittels durch rheologische Kenngrößen aus Kraftduktilitätsmessungen; Diplomarbeit Ruhr-Universität Bochum; 2009.
- [28] FGSV: Technische Lieferbedingungen für gebrauchsfertige polymermodifizierte Bindemittel für Oberflächenbehandlungen (TL PmOB); Ausgabe 1997; Köln; 1997.
- [29] FGSV: Technische Lieferbedingungen für polymermodifizierte Bitumenemulsionen für Dünne Schichten im Kalteinbau (TL PmBE-DSK); Ausgabe 1998; Köln; 1998