

Arbeitsanleitung
zur Bestimmung des Relaxationsverhaltens von bitumenhaltigen
Bindemitteln im Dynamischen Scherrheometer (DSR)

AL RELAX Bitumen

Datum: 30.04.2024

Autoren: J. Büchner, T. Sigwarth, M. P. Wistuba

Technische Universität Braunschweig, Institut für Straßenwesen

Inhaltsübersicht

Inhaltsübersicht	1
1 Einleitung	2
2 Abkürzungen und Definitionen	2
3 Prüfgrundsätze	2
4 Prüfeinrichtung	3
4.1 Dynamisches Scherrheometer (DSR)	3
4.2 Probekörperformen	3
5 Probenvorbereitung	3
5.1 Vorbereitung der Bitumenproben	3
5.2 Lagerung der Probekörper	3
6 Durchführung	4
6.1 Vorbereitung des Rheometers	4
6.2 Platzierung des Probekörpers im Rheometer	4
6.3 Prüfbedingungen	4
6.4 Messung	5
7 Angabe der Ergebnisse	5
8 Präzision	5
Literaturhinweise	6

1 Einleitung

Im Rahmen von diversen Forschungsprojekten wurde eine neue Prüfsystematik zur Ansprache der Gebrauchseigenschaften von bitumenhaltigen Bindemitteln mit dem Dynamischen Scherrheometer (DSR) entwickelt und angewendet. Die Forschungsprojekte lauten:

- „Vereinfachung der prüftechnischen Ansprache des Gebrauchsverhaltens von Asphalt“ (VEGAS, FFG-Nr.: 863063)[1],
- „Entwicklung einer Methode zur Bewertung der Bindemittel- und Mastixeigenschaften im Asphaltstraßenbau“ (im Auftrag der Arbeitsgemeinschaft Bit-Q)[2],
- „Methoden und Anforderungen der Prognose des Fahrbahnzustands zur Abschätzung von langfristigen Kosten in der Erhaltungsplanung“ (mapFALKE, VSS Projekt-Nr. 2018/421)[3],
- „Projektbezogene Anwendung von Bindemittel- und Mastixprüfungen im DSR“ (im Auftrag der Arbeitsgemeinschaft Bit-Q),
- „Untersuchung zur Charakterisierung von Bitumen“ (BEZIBIT, FE 07.0313/2021/ERB).

Basierend auf den Erkenntnissen der Forschungsprojekte, systematischen Voruntersuchungen und studentischen Arbeiten sind in dieser Arbeitsanleitung detaillierte Informationen zu den Randbedingungen und zur Durchführung der Laborprüfung zur Ermittlung des Relaxationsverhaltens von bitumenhaltigen Bindemitteln zusammengestellt.

Anmerkung: Alle Angaben dieser Arbeitsanleitung beruhen auf den Erkenntnissen der Prüfungen am Institut für Straßenwesen der TU Braunschweig und gelten vorbehaltlich neuer Erfahrungen mit anderen Bindemitteln.

2 Abkürzungen und Definitionen

Zu allgemein gültigen Definitionen siehe DIN EN 12597 [4].

Äqui-Schermoduletemperatur ($T(G^*)$) – Temperatur, bei der der Komplexe Schermodul einen definierten Wert aufweist.

Normalkraft – axiale Kraft, bezogen auf die Scherfläche, angegeben in N.

Relaxation – zeitabhängiger Spannungsabfall bei konstant gehaltener Deformation.

Scherdeformation (γ) – Durch tangentielle Auslenkung erzeugte prozentuale Deformation des Prüfkörpers bezogen auf den Plattenabstand.

Scherspannung (τ) – Quotient aus tangential wirkender Kraft und Fläche des Prüfkörpers.

3 Prüfgrundsätze

Das Prüfverfahren dient der Beschreibung des Relaxationsverhaltens und der Bewertung des Widerstands gegen Kälterissbildung von bitumenhaltigen Bindemitteln im Anlieferungszustand, sowie nach simulierter Kurzzeitalterung gemäß DIN EN 12607-1 [5], Langzeitalterung als Kombination aus DIN EN 12607-1 und DIN EN 14769 [6] oder im extrahierten Zustand.

Die Prüfung mit dem DSR ist im deformationsgeregelten statischen Schermodus bei einer konstanten Temperatur im Bereich zwischen -20 und -10 °C durchzuführen.

Als Prüfgeometrie wird die Platte-Platte-Prüfgeometrie mit einem Plattendurchmesser von 4 mm und einem Plattenabstand von 2 mm verwendet.

Während der Relaxationsprüfung wird eine Scherdeformation von 1,0 % im statischen Schermodus auf die Probe aufgebracht und über eine Zeitdauer von 60 min konstant gehalten. Die Relaxation wird als Abfall der Scherspannung über die Zeit aufgezeichnet. Die erzielte

Spannungsrelaxation ist der prozentuale Scherspannungsabfall innerhalb von 60 min. Sie ist der interessierende Materialkennwert für das Relaxationsverhalten.

Als Prüfergebnis ist der Mittelwert der Spannungsrelaxation von mindestens zwei Einzelversuchen anzugeben.

4 Prüfeinrichtung

Übliche Laborgeräte und -ausstattung sowie:

4.1 Dynamisches Scherrheometer (DSR)

Dynamisches Scherrheometer nach DIN EN 14770 mit parallelen Platten mit einem Durchmesser von 4 mm und einer Einrichtung zur Temperaturregelung. Das Temperaturregelsystem muss beide Rheometerplatten einschließen, um ein Temperaturgefälle zwischen den Rheometerplatten zu minimieren.

Anmerkung: Prüfgeräte mit Platte-Platte-Messgeometrien, bei denen die obere und untere Rheometerplatte den gleichen Durchmesser aufweisen, erleichtern das Abnehmen des überschüssigen Materials des eingebrachten Probekörpers.

4.2 Probekörperformen

Gussformen aus Silikon oder einem ähnlichen Werkstoff, an dem der Probekörper nicht kleben bleibt. Die Verwendung von Fetten oder Formtrennmitteln ist nicht zulässig.

Anmerkung: Geeignete Gussformen haben einen Hohlraum mit einem Durchmesser von ungefähr 4 mm und einer Tiefe von ungefähr 3 mm.

Anmerkung: Alternativ kann eine Gussform mit zylindrischem Hohlraum mit einem Durchmesser von 8 mm und einer Tiefe von 2,5 mm verwendet werden. Der Probeneinbau wird dadurch jedoch fehleranfälliger.

5 Probenvorbereitung

ACHTUNG — Diese Arbeitsanleitung schließt den Umgang mit Geräten und Bindemitteln bei sehr hohen Temperaturen ein. Beim Umgang mit heißem Bindemittel sind stets Schutzhandschuhe und Schutzbrille zu tragen, und ein Kontakt mit ungeschützten Hautpartien ist zu vermeiden.

5.1 Vorbereitung der Bitumenproben

Proben sind entsprechend DIN EN 58 [7] zu entnehmen und entsprechend DIN EN 12594 [8] vorzubereiten. Die erwärmte Untersuchungsprobe ist mit einem geeigneten Werkzeug, z. B. Glasstab oder Spatel, durch Rühren zu homogenisieren.

Für jede Messung nach dieser Prüfvorschrift ist ein neuer Probekörper zu verwenden.

Die Probe ist blasenfrei in die Gussformen zu gießen. Es müssen mindestens zwei Probekörper hergestellt werden.

Anmerkung: Es ist sinnvoll für eventuelle Wiederholungsmessungen weitere Probekörper herzustellen.

5.2 Lagerung der Probekörper

Die gegossenen Probekörper sind in Gussformen auf Umgebungstemperatur abzukühlen und bis zur Prüfung mindestens 30 min abgedeckt zu lagern.

Die Probekörper dürfen, um ein verformungsarmes Ausformen zu ermöglichen, gekühlt gelagert werden, jedoch nicht unterhalb von 5 °C. Das Ausformen und die Überführung in das Rheometer müssen unmittelbar anschließend erfolgen, da sich auf dem kalten Probekörper Kondenswasser bilden und dieses den Haftverbund zwischen dem Prüfkörper und den Rheometerplatten beeinträchtigen kann.

Die Höchstlagerdauer beträgt für alle Probekörper zwei Wochen.

Anmerkung: Um Verunreinigungen der Probekörperoberfläche durch die Haut zu vermeiden, ist das Ausformen und Aufbringen des Probekörpers mit sauberen Handschuhen empfohlen.

6 Durchführung

6.1 Vorbereitung des Rheometers

Das Rheometer ist entsprechend den Herstelleranweisungen einzurichten. Die Auswahl der Platte-Platte-Messgeometrie und des Plattenabstandes erfolgt nach dieser Prüfvorschrift.

Die Rheometerplatten sind durch Reinigen mit einem geeigneten Lösemittel und einem weichen Reinigungstuch oder -papier sorgfältig vorzubereiten.

6.2 Platzierung des Probekörpers im Rheometer

Der Einbau des Probekörpers muss bei einer geeigneten Temperatur durchgeführt werden, um eine ausreichende Adhäsion des Prüfkörpers mit den Rheometerplatten sicherzustellen und um eine ausreichende Ausfüllung des Messspalts zu erreichen. Wenn der Probekörper vor Erreichen des Plattenabstands aus dem Messspalt fließt, muss ein neuer Probekörper bei einer reduzierten Einbautemperatur platziert werden.

Die Rheometerplatten sind auf die erwartete Äqui-Schermodultemperatur $T(G^*=15 \text{ kPa})$ des Prüfguts vorzuwärmen. Diese Solltemperatur ist für eine Dauer von mindestens 5 min konstant zu halten.

Der Probekörper ist in das temperierte System einzubringen.

Die Rheometerplatten sind bei der Solltemperatur auf einen Abstand von $(2,10 \pm 0,01) \text{ mm}$ zu bewegen. Nach erfolgter Spalteinstellung ist eine Wartezeit von mindestens 5 min einzuhalten. Wird während der Wartezeit die Normalkraft von 1,0 N unterschritten, wird mit dem Trimmvorgang fortgefahren.

Zur Herstellung des Prüfkörpers ist jeglicher Probekörperüberschuss mit einem auf ca. 120 °C erwärmten geeigneten Werkzeug abzunehmen.

Die Rheometerplatten sind auf den Plattenabstand $(2,00 \pm 0,01) \text{ mm}$ zu bewegen.

Der Vorgang vom Zeitpunkt des Einbringens des Probekörpers bis zum Zeitpunkt des Erreichens des Plattenabstandes von $(2,00 \pm 0,01) \text{ mm}$ darf nicht länger als 10 min dauern.

Der Messspalt ist zweckmäßig und korrekt befüllt, wenn der Prüfkörper beide Rheometerplatten vollständig bedeckt sowie eine leichte und gleichmäßige Wölbung am Randbereich des Prüfkörpers sichtbar ist. Wenn diese Bedingungen nicht erfüllt sind, muss der Prüfkörper entfernt werden, die Rheometerplatten gereinigt und erneut temperiert sowie ein neuer Probekörper eingebaut werden.

6.3 Prüfbedingungen

Der Prüfkörper ist während der gesamten Temperierdauer durch eine Spaltnachführung lastfrei zu halten, sodass keine temperaturinduzierten axialen Spannungen im Material entstehen können. Die Normalkraft wird dafür auf $(0,0 \pm 0,1) \text{ N}$ begrenzt.

Nach dem Erreichen der gewählten Prüftemperatur ist eine Gleichgewichts-Einstellungsdauer von $(30,0 \pm 1,0) \text{ min}$ einzuhalten, in der die gewählte Prüftemperatur innerhalb einer Toleranz von $\pm 0,1 \text{ °C}$ liegt. Anschließend wird die Spaltnachführung deaktiviert und der Plattenabstand bleibt konstant.

Anmerkung: Die Prüftemperatur kann im Bereich von -20 bis -10 °C frei gewählt werden. Empfohlen wird eine Prüftemperatur von -20 °C.

Im statischen Schermodus des Rheometers ist eine Soll-Scherdeformation von 0,1 % innerhalb einer Zeitspanne von maximal 20 s auf den Probekörper aufzubringen und anschließend über eine

Zeitdauer von 60 min konstant zu halten. Während der Lastaufbringung darf die Scherdeformation kurzzeitig maximal 0,12 % betragen. Nach 30 Sekunden bis zum Ende der Prüfdauer soll die Scherdeformation innerhalb von $(0,100 \pm 0,001) \%$ liegen.

6.4 Messung

Während der gesamten Prüfung sind Scherspannung und Scherdeformation in Intervallen von $\Delta t \leq 10,0$ Sekunden aufzuzeichnen.

Anmerkung: Eine größere Dichte der Messwerteerfassung ermöglicht eine präzisere Auswertung zur Beschreibung von physikalischen Materialeigenschaften unter Anwendung rheologischer Modelle.

7 Angabe der Ergebnisse

Der Verlauf der Scherspannung ist in Abhängigkeit von der Zeit aufzutragen (Abbildung 1).

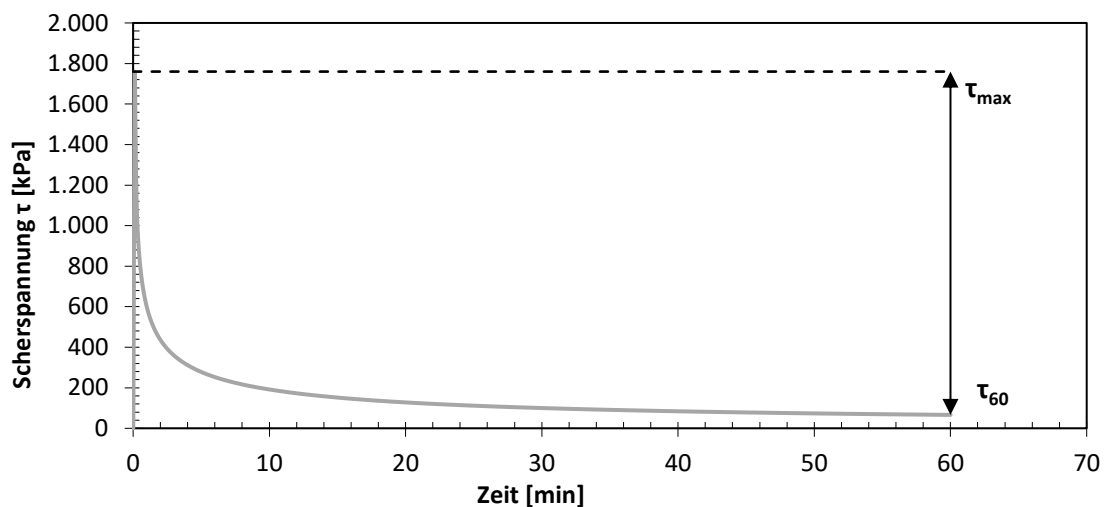


Abbildung 1: Beispiel zum typischen Verlauf der Scherspannung während einer Relaxationsprüfung für ein Straßenbaubitumen der Sorte 50/70 im Anlieferungszustand.

Anschließend erfolgt die Ermittlung der Relaxationsfähigkeit des Materials nach Gl. 1:

$$\text{Scherspannungsrelaxation nach 60 Minuten} = \left(1 - \frac{\tau_{60}}{\tau_{\max}}\right) * 100 [\%] \quad \text{Gl. 1}$$

mit:

τ_{60} durch Materialrelaxation reduzierte Scherspannung nach 60 Minuten [kPa],
 τ_{\max} maximale Scherspannung im Verlauf der Relaxationsprüfung [kPa].

Für jedes Material sind zwei Einzelprüfungen durchzuführen.

Als Ergebnis der Prüfung ist der Mittelwert der Scherspannungsrelaxation der zwei Einzelprüfungen – in % auf 0,01 gerundet – anzugeben. Dieser stellt einen charakteristischen Kennwert für die Bewertung des Widerstands gegen Kälterisse des geprüften bitumenhaltigen Bindemittels dar.

8 Präzision

Die Präzision dieses Prüfverfahrens wurde bisher nicht ermittelt

Literaturhinweise

- [1] Wistuba, M. P., Büchner, J., Hilmer, T., Steineder, M., Eberhardsteiner, L., Donev, V. et al. 2019. Vereinfachung der prüftechnischen Ansprache des Gebrauchsverhaltens von Asphalt (VEGAS) - Ergebnisbericht zum Werkvertrag, FFG Projektnummer: 863063, FFG-Programm: D-A-CH Kooperation Verkehrsinfrastrukturforschung. Technische Universität Braunschweig, Institut für Straßenwesen (Projektleitung) in Kooperation mit der Technischen Universität Wien und der Eidgenössischen Materialprüfanstalt.
- [2] Büchner, J. & Wistuba, M. P. 2021. Entwicklung einer Methodik zur Bewertung der Bindemittel- und Mastixseigenschaften im Asphaltstraßenbau, Schlussbericht zum Forschungsprojekt Bit-Q, finanziert durch die Arbeitsgemeinschaft „ARGE Bit-Q“ bestehend aus Eiffage Infra-Südwest, Kemna, Leonhard Weiß, Matthäi, TPA/Strabag, Winkler. Technische Universität Braunschweig, Institut für Straßenwesen.
- [3] Schiffmann, F., Hajdin, R., Blumenfeld, T., Elvasson, A., Raab, C., Arrigada, M. et al. 2022. Modelle der Zustandsentwicklung von Fahrbahnen – mapFALKE (Methoden und Anforderungen der Prognose des Fahrbahnzustands zur Abschätzung von langfristigen Kosten in der Erhaltungsplanung), Forschungsprojekt VSS 2018/421 auf Antrag des Schweizerischen Verbandes der Strassen- und Verkehrsfachleute (VSS). Bundesamt für Strassen (ASTRA).
- [4] EN 12597, 2014. Bitumen und bitumenhaltige Bindemittel – Terminologie. Europäisches Komitee für Normung (CEN), Brüssel.
- [5] EN 12607-1, 2014. Bitumen und Bitumenhaltige Bindemittel - Bestimmung der Beständigkeit gegen Verhärtung unter Einfluss von Wärme und Luft - Teil 1: RTFOT-Verfahren. Europäisches Komitee für Normung (CEN), Brüssel.
- [6] EN 14769, 2012. Bitumen und Bitumenhaltige Bindemittel - Beschleunigte Langzeit-Alterung mit einem Druckalterungsbehälter (PAV). Europäisches Komitee für Normung (CEN), Brüssel.
- [7] EN 58, 2012. Bitumen und bitumenhaltige Bindemittel – Probenahme bitumenhaltiger Bindemittel. Europäisches Komitee für Normung (CEN), Brüssel.
- [8] EN 12594, 2012. Bitumen und Bitumenhaltige Bindemittel - Vorbereitung von Untersuchungsproben. Europäisches Komitee für Normung (CEN), Brüssel.