

Arbeitsanleitung

zur Bestimmung des Langzeitkriechverhaltens von Bitumen, bitumenhaltigen Bindemitteln im Dynamischen Scherrheometer (DSR) – Single Shear Creep Test (SSCT)

AL SSCT

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.....	2
4.1 Dynamischen Scherrheometer (DSR)	2
4.2 Probekörperperformen.....	3
5 Probenvorbereitung.....	3
5.1 Vorbereitung von Bitumenproben	3
5.2 Lagerung der Probekörper	3
6 Durchführung	3
6.1 Vorbereitung des Rheometers	3
6.2 Platzierung des Probekörpers im Rheometer	3
6.3 Prüfbedingungen	4
6.4 Messung	4
7 Angabe der Ergebnisse	4
8 Präzision	5
Literaturhinweise	5

1 Einleitung

Im Rahmen des BASt Forschungsprojektes „Untersuchung zur Charakterisierung von Bitumen“ (BEZIBIT, FE 07.0313/2021/ERB) wurde eine neue Prüfsystematik zur Ansprache der Gebrauchseigenschaften von Bitumen und bitumenhaltigen Bindemitteln mit dem Dynamischen Scherrheometer (DSR) entwickelt. Als ergänzender Anhang zu dem Schlussbericht sind in dieser Arbeitsanleitung detaillierte Informationen zu den Randbedingungen und zur Durchführung der Laborprüfung zur Ermittlung des Verformungswiderstands von Bitumen und bitumenhaltigen Bindemitteln mit dem Single Shear Creep Test (SSCT) zusammengestellt.

Anmerkung: Alle Angaben dieser Arbeitsanleitung beruhen auf den Erkenntnissen der Prüfungen im Rahmen des oben angegebenen Forschungsprojekts BEZIBIT und gelten vorbehaltlich neuer Erfahrungen mit anderen Bindemitteln.

2 Abkürzungen und Definitionen

Zu allgemein gültigen Definitionen siehe DIN EN 12597 [1].

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

Kriechrate – Steigung der Kriechkurve im quasi-linearen Bereich als Veränderung der Scherdeformation mit der Zeit, angegeben in Prozent pro Sekunde.

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

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

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

Stationäres Fließen – lineare Änderung der Scherdeformation bei Belastung mit einer konstanten Scherspannung während einer Kriechprüfung.

3 Prüfgrundsätze

Das Prüfverfahren dient der Beschreibung des Langzeitkriechverhaltens von Bitumen, bitumenhaltigen Bindemitteln und der Bewertung anhand des Verformungswiderstands.

Die Prüfung mit dem DSR ist im spannungsgesteuerten Kriechmodus bei einer konstanten Temperatur im Bereich zwischen 50 und 70 °C durchzuführen.

Als Prüfgeometrie wird die Platte-Platte-Prüfgeometrie mit Plattendurchmesser von 25 mm und einem Plattenabstand von 1 mm verwendet.

Es wird je Messung ein Kriechzyklus bei einer Scherspannung von $\tau = 0,1 \text{ kPa}$ durchgeführt. Die Prüfung erfolgt bei Bitumen und bitumenhaltigen Bindemitteln mit einer Kriechphase von 10 Minuten.

Als Prüfergebnis ist der Mittelwert der ermittelten Kriechraten in der Kriechphase im Bereich zwischen 300 und 600 Sekunden aus mindestens zwei Einzelversuchen anzugeben.

4 Prüfeinrichtung

Übliche Laborgeräte und -ausstattung sowie:

4.1 Dynamischen Scherrheometer (DSR)

Dynamisches Scherrheometer nach DIN EN 14770 mit parallelen Platten mit einem Durchmesser von 25 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 Probekörperperformen

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 18 mm und einer Tiefe von ungefähr 2 mm.

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 von Bitumenproben

Proben sind entsprechend DIN EN 58 [2] zu entnehmen und entsprechend DIN EN 12594 [3] vorzubereiten. Die erwärmede 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 plus 5 °C bis plus 20 °C 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 $(1,05 \pm 0,01) \text{ mm}$ zu bewegen. Nach erfolgter Spalteinstellung ist eine Wartezeit von mindestens 5 min einzuhalten. Wird während der Wartezeit die Normalkraft von 1,0 N unterschritten, darf mit der Herstellung des Prüfkörpers begonnen werden.

Zur Herstellung des Prüfkörpers ist jeglicher Probekörperüberschuss mit einem auf maximal 90 °C erwärmten geeigneten Werkzeug abzunehmen.

Die Rheometerplatten sind auf den Plattenabstand $(1,00 \pm 0,01) \text{ mm}$ zu bewegen.

Der Vorgang vom Zeitpunkt des Einbringens des Probekörpers bis zum Zeitpunkt des Erreichens des Plattenabstandes von $(1,00 \pm 0,01) \text{ mm}$ darf nicht länger als 10 min dauern.

Der Messspalt ist zweckmäßig und korrekt gefüllt, 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 Plattenabstand von $(1,00 \pm 0,01) \text{ mm}$ ist während der gesamten Prüfdauer konstant zu halten.

Nach dem Erreichen der gewählten Prüftemperatur ist eine Gleichgewichts-Einstellungsduer von von $(15 \pm 1) \text{ min}$ einzuhalten

Anmerkung: Die Prüftemperatur kann im Bereich von 50 bis 70 °C frei gewählt werden. Empfohlen wird eine Prüftemperatur von $(60 \pm 0,1) \text{ °C}$, welche auch im Asphaltbereich Anwendung findet.

Der Probekörper ist für 10 Minuten mit einer konstanten Scherspannung von $(0,1 \pm 0,01) \text{ kPa}$ im Kriechmodus zu belasten.

Es sind mindestens zwei Einzelmessungen durchzuführen

6.4 Messung

Während der gesamten Prüfung sind Scherspannung und Scherdeformation in Intervallen von $\Delta t \leq 1,0 \text{ Sekunde}$ 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 Scherdeformation während der Kriechphase ist in Abhängigkeit von der Zeit aufzutragen (Abbildung 1). Der Bereich des stationären Fließens (lineare Änderung der Scherdeformation) ist grafisch zu bestimmen (vgl. Abbildung 1).

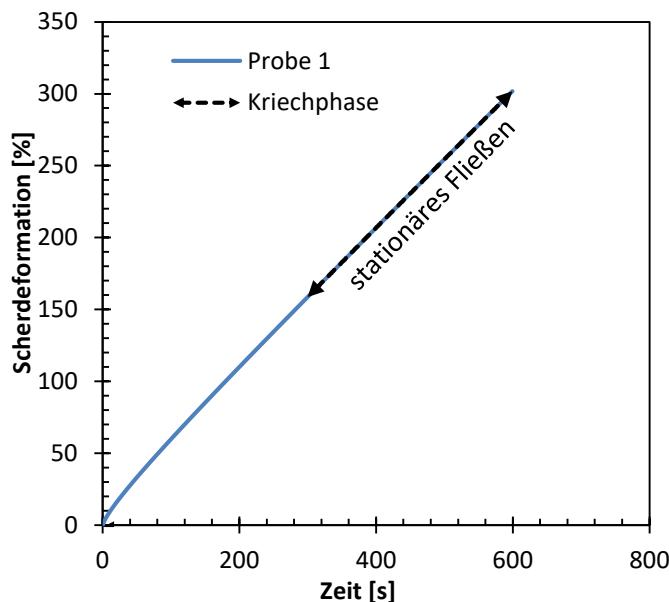


Abbildung 1: Beispiel für einen typischen Verlauf der Scherdeformation während der Kriechphase im Single Shear Creep Test (SSCT) für ein Polymermodifiziertes Bitumen.

Die Messdaten aus dem Bereich des stationären Fließens werden für Erstellung einer linearen Regression gemäß Gl. 1 verwendet. Das Bestimmtheitsmaß muss mindestens $R^2 = 0,99$ betragen. Dafür hat sich der Bereich zwischen 300 und 600 Sekunden der Kriechphase für die meisten Materialien als zweckmäßig erwiesen. Der Kennwert m (die Steigung) aus der Regressionsfunktion in Gl. 1 wird als Kriechrate bezeichnet.

$$\gamma = m \cdot t + b \quad \text{Gl. 1}$$

mit:

γ Scherdeformation [%].

t Versuchszeit [s],

m, b Regressionskoeffizienten.

Als Ergebnis der Prüfung ist der Mittelwert der Kriechraten aus zwei Einzelprüfungen – in %/s auf drei signifikante Ziffern gerundet – anzugeben. Dieser beschreibt das zeitunabhängige Kriechen als Kennwert für den Verformungswiderstand des Materials.

8 Präzision

Die Präzision dieses Prüfverfahrens ist noch nicht bekannt.

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 Mastixeigenschaften 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., Arraigada, 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 Verkehrs fachleute (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 14770, 2012. Bitumen und Bitumenhaltige Bindemittel - Bestimmung des komplexen Schermoduls und des Phasenwinkels - Dynamisches Scherrheometer (DSR). Europäisches Komitee für Normung (CEN), Beuth Verlag GmbH, Berlin.
- [8] AL DSR-Prüfung (T-Sweep), 2014. Arbeitsanleitung zur Bestimmung des Verformungsverhaltens von Bitumen und bitumenhaltigen Bindemitteln im Dynamischen Scherrheometer (DSR) - Teil 1: Durchführung im Temperatursweep, Ausgabe 2014. Forschungsgesellschaft für Straßen- und Verkehrswesen (FGSV), FGSV Verlag, Köln.
- [9] EN 58, 2012. Bitumen und bitumenhaltige Bindemittel – Probenahme bitumenhaltiger Bindemittel. Europäisches Komitee für Normung (CEN), Brüssel.
- [10] EN 12594, 2012. Bitumen und Bitumenhaltige Bindemittel - Vorbereitung von Untersuchungsproben. Europäisches Komitee für Normung (CEN), Brüssel.
- [11] Büchner, J., Wistuba, M. P., Dasek, O., Staschkiewicz, M., Soenen, H., Zofka, A. & Remmler, T. 2020. Interlaboratory Study on Low Temperature Asphalt Binder Testing Using Dynamic Shear Rheometer with 4 mm Diameter Parallel Plate Geometry. Road Materials and Pavement Design, Vol. 23, Issue 4, 890–906, Taylor & Francis. DOI: 10.1080/14680629.2020.1851291.
- [12] DIN 52050, 2018. Bitumen und bitumenhaltige Bindemittel - BTSV-Prüfung. Deutsches Institut für Normung e. V. (DIN), Beuth Verlag GmbH, Berlin. DOI: 10.31030/2897140.