

Optimierung von Verfahren zur Prüfung von Füller-Bitumen-Gemischen (Asphaltmörtel) mit dem Dynamischen Scherrheometer

FA 7.317

Forschungsstelle: Technische Universität Braunschweig,
Institut für Straßenwesen (ISBS) (Prof. Dr.
techn. Dipl.-Ing. M. P. Wistuba)

Bearbeiter: Wistuba, M. P. / Trifunovic, S. /
Büchner, J.

Auftraggeber: Bundesministerium für Verkehr und digi-
tale Infrastruktur, Bonn

Abschluss: März 2024

1 Inhalt und Ziel

Der Straßenbaustoff Asphalt ist zusammengesetzt aus verschiedenen mineralischen Gesteinsanteilen sowie bitumenhaltigem Bindemittel. Wesentliche Materialeigenschaften des Asphalts wie zum Beispiel Steifigkeit, Festigkeit, Viskosität, Kriechverhalten, Ermüdungswiderstand sowie Alterungsverhalten werden von der physikalisch-chemischen Bindemittel-Füller-Interaktion maßgeblich gesteuert. In diesem Forschungsprojekt werden Prüfmethode im Dynamischen Scherrheometer (DSR) zur umfassenden rheologischen Charakterisierung und Differenzierung von Mastix (Füller-Bitumen-Gemischen) identifiziert beziehungsweise entwickelt. Die Prüfverfahren decken das temperaturabhängige viskoelastische Verhalten, das Ermüdungsverhalten, das Verformungsverhalten und das Tieftemperaturverhalten zuverlässig ab. Sie sind in marktüblichen DSR-Geräten unterschiedlicher Gerätehersteller mit laborökonomischen Prüfdauern anwendbar. Als Ergebnis liegen aussagekräftige, präzise und einfach interpretierbare Prüfergebnisse vor, die eine eindeutige Differenzierung unterschiedlicher Varianten an Füller-Bitumen-Gemischen erlauben. Durch systematische Reihenuntersuchungen wurde ein Bewertungshintergrund geschaffen, der Hinweise über den Einfluss unterschiedlicher Füller-Bitumen-Kombinationen mit unterschiedlichen Massenverhältnissen auf die interessierenden Materialeigenschaften liefert.

2 Materialien und Mastixherstellung

Die verwendeten Materialien umfassen elf unterschiedliche, bautechnisch relevante Bitumen sowie 15 unterschiedliche bautechnisch relevante Füller, die in der Praxis als Eigenfüller (zum Beispiel Gabbro) oder als Fremdfüller (zum Beispiel Kalksteinfüller) zum Einsatz kommen. Für die Füllervarianten werden die gängigen Materialkennwerte, wie Rohdichte, Hohlraumgehalt, versteifende Wirkung, spezifische Oberfläche, Elementzusammensetzung und Sieblinie als Grundlage für die spätere Bewertung der Mastixergebnisse bestimmt. In diesem Projekt wird Mastix ausschließlich mit Füller mit einer Korngröße $\leq 0,063$ mm hergestellt. Dafür ist die Absiebung von möglichem Überkorn im angelieferten Füller beziehungsweise Sand notwendig. Eine vergleichende Trocken- und Luftstrahlsiebung zeigt, dass beide Siebverfahren als gleichwertig einzustufen sind. Im nächsten

Schritt wird die Mastixherstellung aus den Einzelkomponenten Bitumen und Füller systematisch untersucht. Mittels Variation der Verfahrensparameter wird ein geeignetes und zuverlässiges Mischverfahren festgelegt: Mastix wird bei einer Mischtemperatur von 160 °C hergestellt, der heiße Füller wird portionsweise in das heiße Bitumen eingerührt und die Homogenisierungszeit beträgt zwei Minuten. Durch schrittweise Variation wird im Projektverlauf ein maximales Füller-Bitumen-Verhältnis von 3 als labortechnische Anwendungsgrenze für die zuverlässige Herstellung und Prüfung von Mastix festgestellt. Auch die Lagerung von Mastixproben unter Variation der Lagerungsbedingungen und Lagerungszeiten wird ausführlich untersucht. Mit zunehmender Lagerungsdauer wird eine deutliche Steifigkeitszunahme beobachtet, die bei Raumtemperatur deutlich stärker ausgeprägt ist als bei Lagerung im Kühlschrank beziehungsweise im Gefrierschrank. Ein Absinken der Füllerpartikel während der Lagerung wird mittels Tubentests ausgeschlossen und es besteht auch kein Zusammenhang mit der spezifischen Fülleroberfläche. Das Phänomen wird mutmaßlich auf eine Absorption der leichten Bitumenfraktionen im Füller zurückgeführt. Die Probenlagerung hat entsprechend einen maßgeblichen Einfluss auf die Prüfergebnisse von Mastixproben. Eine Lagerung von Mastixproben bis zu sieben Tage erscheint als unproblematisch. Die Lagerung im Kühlschrank wird empfohlen.

3 Identifizierung und Erprobung von Mastixprüfungen im DSR

Mittels umfassender internationaler Literaturrecherche werden potenziell geeignete Prüfverfahren im DSR identifiziert und hinsichtlich ihrer Tauglichkeit bewertet. Dabei wird das temperaturabhängige viskoelastische Verhalten, das Ermüdungsverhalten, das Verformungsverhalten und das Kälteverhalten von Mastix berücksichtigt. Vielversprechende Prüfverfahren unter Verwendung der Platte-Platte-Messgeometrie und der Festkörpereinspannung werden anschließend ausgewählt, an zehn repräsentativen Mastixproben erprobt und weiterentwickelt sowie in Reihenuntersuchungen validiert. Daraus werden folgende Erkenntnisse abgeleitet:

- Die Platte-Platte-Messgeometrie mit 25 mm (PP25), 8 mm (PP08) und 4 mm (PP04) Durchmesser ermöglicht eine zuverlässige Prüfung von Mastix im Temperaturbereich von -20 bis 90 °C.
- Die Verwendung der Festkörpereinspannung mit rundem Querschnitt (Solid Circular Fixture, SCF) oder mit rechteckigem Querschnitt (Solid Rectangular Fixture, SRF) ist auf einen Temperaturbereich von -20 bis 20 °C beschränkt. Für die routinemäßige und praxisnahe Materialcharakterisierung wird die Festkörpereinspannung als wenig geeignet gesehen.

- Die vollständige viskoelastische Mastixcharakterisierung im Temperaturbereich von -20 bis 90 °C mittels Temperatur-Frequenz-Sweep (T-f-Sweep) Tests ist grundsätzlich möglich, aber sehr zeitaufwendig und für eine praxistaugliche und zielführende Ableitung von Bewertungsparametern wenig hilfreich. Es ist meist ausreichend, die Prüfung der viskoelastischen Eigenschaften auf einen Temperaturbereich von 20 bis 60 °C mit Prüffrequenzen von 0,1 bis 10 Hz mit der 8 mm-Messgeometrie (8 mm T-f-Sweep Test) zu beschränken.
- Die Durchführung von Kriechprüfungen mit der 25 mm-Messgeometrie zur Untersuchung des Verformungsverhaltens von Mastix ist zuverlässig möglich. Dabei ist die Aussagekraft des europäisch standardisierten Multiple Stress Creep and Recovery Test (MSCRT) mit einem weiterentwickelten Single Shear Creep Test (SSCT) gleichbedeutend. Beim SSCT handelt es sich um einen praktikablen Kriechversuch mit einer Belastungsdauer von 60 Minuten, bei dem die Kriechrate als Maß für das Kriech- beziehungsweise Verformungsverhalten bestimmt wird. Dieser Kennwert ist physikalisch sehr anschaulich und gut interpretierbar. Die Wiederholbarkeit des SSCT ist besser als jene des MSCRT.
- Die Durchführung von Ermüdungsprüfungen von Mastix im DSR ist insgesamt kritisch zu sehen. Es gibt eine große Variabilität von möglichen Prüfparametern, die einen maßgeblichen Einfluss auf die Prüfergebnisse haben. Es ist unklar, ob Deformationsregelung oder Spannungsregelung das tatsächliche Materialverhalten besser abbildet und welche Regelung sich besser für eine (plausible) Differenzierung unterschiedlicher Mastixvarianten eignet. Die Ermittlung von Wöhlerlinien ist darüber hinaus sehr zeitaufwendig und der Mehrwert von Wöhlerlinien ist nicht klar ersichtlich.
- Als vielversprechende Prüfmethode zur Analyse des Ermüdungsverhaltens von Mastix wird eine beschleunigte Ermüdungsprüfung mit der 8 mm-Messgeometrie mit der Bezeichnung Stress Amplitude Fatigue Test (SAFT) gesehen, bei der durch stufenweise Erhöhung der Scherspannungsamplitude eine laborökonomische Prüfdauer erreicht und ein aussagekräftiger Materialkennwert abgeleitet wird.
- Zur Bewertung des Kälteverhaltens wird die Relaxationsprüfung mit der 4 mm-Messgeometrie im Vergleich als bestgeeignet angesehen. Dabei wird die Relaxationsfähigkeit der Mastix bezüglich einer erzwungenen und über 60 Minuten konstant gehaltenen Deformation untersucht.

Um die Prüfverfahren später in marktüblichen DSR-Geräten durchführen zu können, wurden die ausgewählten Prüfverfahren an Rheometern der Firmen Netzsch und Anton Paar getestet und die Ergebnisse gegenübergestellt. Die vorgeschlagenen und weiterentwickelten Prüfungen mit Platte-Platte-Messgeometrie sind grundsätzlich in beiden Rheometern gleichwertig durchführbar.

Die Ergebnisse an beiden Rheometern aus viskoelastischen Prüfungen (8 mm T-f-Sweep Test), Kriechprüfungen (MSCRT und SSCT) sowie Relaxationsprüfungen sind als weitestgehend identisch zu bewerten. Prüfergebnisse können in beiden Rheometern mit gleicher Aussagekraft ermittelt und für eine Differenzierung und Charakterisierung unterschiedlicher Mastixvarianten genutzt werden.

Bei den verwendeten spannungsgeregelten Ermüdungsprüfungen gibt es einen maßgeblichen Einfluss aus den unterschiedlichen Gerätekonstruktionen der beiden Rheometer (unterschiedliches Motorkonzept, Motorkühlung bei Dauerbeanspruchung, Gerätesteifigkeit). Die Ergebnisse aus Ermüdungsprüfungen der beiden Rheometer sind nicht miteinander vergleichbar. Ermüdungsprüfungen können demnach nicht für eine universelle und geräteübergreifende Charakterisierung von Mastixproben (oder Bitumenproben) genutzt werden.

Im Licht der neuen Erkenntnisse aus DSR-Ermüdungsprüfungen erscheint das Ermüdungsverhalten von Bitumen und bitumengebundenen Materialien insgesamt nicht ausreichend erforscht. Es besteht Grund zur Annahme, dass das Ermüdungsverhalten im Laborversuch erheblich stärker von parasitären Prüfeffekten geprägt ist als bisher angenommen, was die Aussagekraft von Ermüdungsprüfungen generell schmälert und ihre Interpretation erheblich erschwert. Es gibt etliche Prüfparameter, die variiert werden können und die Prüfergebnisse sind eindeutig abhängig von den gewählten Beanspruchungsparametern (Spannungssteuerung versus Deformationssteuerung). Damit führen die Ergebnisse zu widersprüchlichen Erkenntnissen und sind darüber hinaus nicht in Prüfgeräten von unterschiedlichen Herstellern mit gleicher Aussagekraft durchführbar. Schließlich ist damit die Festlegung von objektiven Bewertungskriterien und Anforderungen unmöglich. Eine vertiefte Aufarbeitung der Grundlagen zum Ermüdungsverhalten von Bitumen, Mastix und Asphalt erscheint ohne Zweifel notwendig.

4 Validierung von Mastixprüfungen im DSR

Im Projekt wurden an 82 Mastixvarianten unter Variation des Bitumens, des Füllers, der Füller-Zusammensetzung und des Füller-Bitumen-Verhältnisses Reihenuntersuchungen zur Validierung der Prüfmethoden durchgeführt. Dabei sind folgende Prüfmethoden im DSR berücksichtigt:

- der T-f-Sweep Test im Temperaturbereich von +20 bis +60 °C und von 0,1 bis 10 Hz mit der 8 mm-Messgeometrie zur Untersuchung der viskoelastischen Eigenschaften von Mastix; als Ergebnis für die Materialbewertung dienen der komplexe Schermodul und der Phasenwinkel bei der Temperatur von 40 °C und bei der Prüffrequenz von 1,59 Hz,
- der Multiple Stress Creep and Recovery Test (MSCRT) bei einer Temperatur von 60 °C mit der 25 mm-Messgeometrie mit den Kennwerten prozentuale Rückformung und Nachgiebigkeit sowie der Single Shear Creep Test (SSCT) bei einer Temperatur von 60 °C mit der 25

mm-Messgeometrie mit der daraus abgeleiteten Kriechrate zur Bewertung des Verformungsverhaltens von Mastix,

- die Relaxationsprüfung bei einer Temperatur von -20 °C mit der 4 mm-Messgeometrie und der daraus abgeleiteten prozentualen Spannungsrelaxation als Indikator für das Kälteverhalten von Mastix.

Die gewählten Prüfverfahren sind in marktüblichen DSR-Geräten unterschiedlicher Gerätehersteller mit laborökonomischen Prüfdauern anwendbar. Die Ergebnisse sind aussagekräftig, präzise, einfach interpretierbar und erlauben eine schnelle, zuverlässige und eindeutige Differenzierung unterschiedlicher Varianten an Füller-Bitumen-Gemischen.

5 Ableitung eines Bewertungshintergrunds für Mastixprüfungen

Mit den identifizierten aussagekräftigen Materialparametern ist ein Bewertungshintergrund geschaffen, der Hinweise über den Einfluss unterschiedlicher Füller-Bitumen-Kombinationen mit unterschiedlichen Massenverhältnissen auf die interessierenden Materialeigenschaften liefert. Gleichzeitig kann der Bewertungshintergrund einen Ausblick auf die maßgeblichen resultierenden Asphalteeigenschaften ermöglichen (Steifigkeit, Widerstand gegen Kälterisse, Ermüdungswiderstand, Verformungswiderstand) und bei der Mischgutkonzeption zur gezielten Auswahl und Zusammensetzung der Einzelkomponenten hilfreich sein. Aus dem Bewertungshintergrund lassen sich folgende Erkenntnisse ableiten:

- Bei allen Materialeigenschaften zeigt das in der Mastix verwendete Bitumen einen übergeordneten Einfluss auf die Prüfergebnisse. Dieser Einfluss bestätigt sich durch signifikante statistische Zusammenhänge zwischen den Bitumen- und den Mastixeigenschaften.
- Es kann ein funktionaler Zusammenhang zwischen dem Füller-Bitumen-Verhältnis und den maßgebenden Mastixeigenschaften festgestellt werden. Mit zunehmendem Füller-Bitumen-Verhältnis ist im Regelfall eine exponentielle Zunahme beziehungsweise Abnahme des entsprechenden rheologischen Materialkennwerts erkennbar.
- Vor allem anhand der versteifenden Wirkung vom komplexen Schermodul kann eine eindeutige und material-spezifische Füller-Bitumen-Interaktion festgestellt werden. Es ist also eine materialabhängige chemo-mechanische Interaktion von Füller und Bitumen vorhanden, die eine Verstärkung der inneren elastischen Struktur des Bitumens bewirkt. Bei den Prüfungen zum Gebrauchsverhalten der Mastix (Verformungs-/Kriechverhalten und Kälteverhalten) sind hinsichtlich des Einflusses unterschiedlicher Füllervarianten (bei gleichbleibendem Füller-Bitumen-Verhältnis) keine wesentlichen Unterschiede feststellbar. Zusätzlich können unterschiedliche Füllereinflüsse (spezifische Füller-

Bitumen-Interaktion) anhand des Kriechverhaltens festgestellt werden.

- Die Verwendung von reinem Kalkhydrat bei der Mastixherstellung führt zu einem deutlich abweichenden Materialverhalten im Vergleich zu den übrigen Füllern: das Kalkhydrat erwirkt eine sehr starke Versteifung und damit einen hohen Verformungswiderstand bei gleichzeitig nachteiligem Kälteverhalten. Auffällig ist auch das etwas nachteilige Kälteverhalten von dem extrahierten Füller aus Asphaltgranulat, was mutmaßlich auf die chemischen Veränderungen durch die automatische Heißextraktion zurückzuführen ist.
- Die Prüfverfahren haben eine Wiederholpräzision im Bereich von 10 bis 15 % (mit einer statistischen Sicherheit von 95 %) und eine Vergleichpräzision im Bereich von 15 bis 30 % (mit einer statistischen Sicherheit von 95 %). Sie entsprechen damit der typischen Prüfpräzision von rheologischen Prüfverfahren.

Zur Erreichung eines optimalen Gebrauchsverhaltens der Mastix muss ein Kompromiss aus dem Verformungs-/Kriechverhalten und dem Kälteverhalten getroffen werden. Die Mastixvariante sollte eine möglichst hohe Relaxationsfähigkeit und gleichzeitig eine möglichst niedrige Kriechrate als vorteilhafte Materialeigenschaften für die Baupraxis aufweisen. Aufgrund des übergeordneten Einflusses des Füllergehalts und dem stark variierenden Füller-Bitumen-Verhältnis in Asphaltmischgutsorten sollte bis auf Weiteres von der Ableitung von objektiven Anforderungswerten abgesehen werden. Zum jetzigen Zeitpunkt ist unklar, ob die versteifende Wirkung von Füllern als vorteilhafte oder nachteilhafte Eigenschaft für das spätere Asphaltverhalten gilt.