Die approbierte Originalversion dieser Diplom-/Masterarbeit ist in der Hauptbibliothek der Technischen Universität Wien aufgestellt und zugänglich.
http://www.ub.tuwien.ac.at

The approved original version of this diploma or master thesis is available at the main library of the Vienna University of Technology.
http://www.ub.tuwien.ac.at/eng

Diploma Thesis

Aging of asphalt mixture using Viennese Aging Procedure (VAPro)

Submitted in satisfaction of the requirements for the degree of
Diplom-Ingenieurin
of the TU Wien, Faculty of Civil Engineering

DIPLOMARBEIT

Alterung von Asphaltmischgut mittels Viennese Aging Procedure (VAPro)

ausgeführt zum Zwecke der Erlangung des akademischen Grades einer
Diplom-Ingenieurin
eingereicht an der Technischen Universität Wien, Fakultät für Bauingenieurwesen

von

Dominika Pinkas, BSc
Matr.Nr.: 1428124

unter der Anleitung von

Univ. Prof. Dipl.-Ing. Dr. techn. **Ronald Blab**
Ass. Prof. Dipl.-Ing. Dr. techn. **Bernhard Hofko**
Univ. Ass. Dipl.-Ing. **Daniel Steiner**

Institut für Verkehrswissenschaften – Forschungsbereich für Straßenwesen
Technische Universität Wien,
Karlsplatz 13/E230, A-1040 Wien

Wien, im Juni 2018 _____

Kurzfassung

Die Alterung des Bitumens führt zu einer Erhöhung der Steifigkeit und Versprödung des Materials. Dadurch verändern sich die ursprünglichen mechanischen Eigenschaften und es kann zu einem Versagen von Asphaltaufbauten aufgrund von Ermüdungs- oder Tieftemperaturrissen kommen. Deshalb beeinflusst das Alterungsverhalten des Bitumens die Lebensdauer und die Möglichkeit des Recyclings von Asphaltaufbauten. Man unterscheidet zwischen Kurz- und Langzeitalterung. Diese Arbeit beschäftigt sich unter anderem mit Versuchen zur Langzeitalterung mittels der VAPro Methode (Viennese Aging Procedure). Dabei werden die Prozesse, die in der Umwelt im Zeitraum von bis zu 10 Jahren passieren, im Labor simuliert und mit anderen Methoden (wie z.B. RTFOT+PAV) verglichen. Die verdichteten Asphaltprobekörper werden mit unterschiedlichen Alterungsmedien durchgeströmt. Das Bitumen wird dann nach der Alterung rückgewonnen, um die mechanischen Änderungen der Parameter, wie den Phasenwinkel und komplexen Schubmodul mit dem Dynamischen Scher Rheometer (DSR) zu prüfen. Vergleiche zwischen ungealtertem, VAPro gealtertem und mit anderen Alterungsmethoden gealtertem Bitumen sollen Auskünfte über die Effektivität des Verfahrens als Alterungsmethode liefern. Im Rahmen dieser Diplomarbeit wird auch der Einfluss der Temperatur und des Hohlraumgehalts auf die Steifigkeit der Asphaltprobekörper und die Bedeutung von Wiederholungsprüfungen an jenen Proben untersucht. Um die Leistung von verschiedenen Ozongeneratoren, die für VAPro benutzt wurden, zu bewerten, erfolgen zusätzliche Versuche mit einem Massenspektrometer, mit welchem die Zusammensetzung des Gasgemisches analysiert wird.

Abstract

Aging of the bitumen leads to increase of stiffness und brittleness of the material. Bituminous bound pavements become more prone to failure by fatigue and low temperature cracking. The aging behavior of bitumen has a strong impact on the durability and recycling of the asphalt pavements. There are two types of aging of the bitumen: short - term and long - term aging. This thesis describes, inter alia, the tests of long-term lab-aging procedure with the use of VAPro method (Viennese Aging Procedure). With the use of this method the processes, which take place in reality within a time frame up to 10 years, are simulated in the laboratory and compared with standardized methods for combined short-term aging (RTFOT – Roll Thin Film Oven Test) and long-term aging (PAV – Pressure Aging Vessel). With the use of VAPro the compacted HMA (Hot Mix Asphalt) samples are conditioned by forced flow of oxidant gases through the specimen. Then the bitumen after the aging is recovered from the asphalt samples to examine the mechanical changes of parameters such as phase angle and complex shear modulus with the use of dynamic shear rheometer (DSR). The difference between unaged bitumen, bitumen with long-term aging simulation with the use of VAPro and other standardized aging methods are compared and evaluated. The obtained results give information about the effectiveness of the VAPro. In the course of this thesis the influence of the temperature and void content on the stiffness of asphalt specimens are checked and the significance of the repetition tests on the same asphalt sample will be examined. Additional analyses with the use of mass spectrometer describe the composition of the gaseous medium and compare the efficiency of different ozone generators used for VAPro.

Danksagung

Ich würde mich hier gerne als erstes bei dem Team des Labors des Forschungsbereichs für Straßenwesen bedanken. Univ.-Ass. Dipl.-Ing. Markus Hospodka hat mir anfangs ausführlich die Rückgewinnung von Bitumen und die Vorgehensweise von DSR Versuchen erklärt. Thomas Riedmayer und David Valentin haben mich immer mit der Herstellung und Vorbereitung der Probekörper geholfen. Univ.-Ass. Dipl.-Ing. Daniel Steiner hat mich als Betreuer meiner Projektarbeit sowie dieser Diplomarbeit stets unterstützt. Mein großer Dank gilt auch dem Leiter des Labors, Ass. Prof. Dipl.-Ing. Dr. techn. Bernhard Hofko, der durch seine Vorlesung „Baustoffe im Verkehrswegebau“ mein Interesse am Straßenbauwesen geweckt hat und mir das Schreiben einer Projektarbeit im Labor ermöglicht hat. Die spannenden Versuche und Technologien im Bereich der Bitumenalterung haben mich motiviert, um mit der Diplomarbeit im Labor fortzusetzen. Nicht zuletzt möchte ich mich bei Univ. Prof. Dipl.-Ing. Dr. techn. Ronald Blab für die Inspiration für den Forschungsbereich Straßenwesen und die Durchsicht meiner Diplomarbeit herzlich bedanken.

Następnie chciałabym bardzo podziękować moim rodzicom za te wszystkie lata wsparcia i pomocy. Wasze cierpliwość, wiara we mnie oraz radość z osiąganych sukcesów mają dla mnie specjalne znaczenie i wartość. Dziękuję za wiele motywacji i wszystkie słowa pocieszenia w gorszych momentach.

Seuraavaksi haluaisin sanoa kiitokseni Jukalle. Kuljit kanssani läpi opintojeni Wienissä valtavana apuna ja tukena. Kärsivällisyytesi ja positiiviset sanasi olivat paras apu epäilyksen hetkinä ja huonoina päivinä. Kiitos, että olit rinnallani kaiken tämän ajan ja uskoit kykyihini.

Я бы также хотела поблагодарить тебя, Катя, за твою любовь и письма, которые я получала от тебя с того момента, как я начала мою учебу в Австрии. Также я хотела сказать спасибо за постоянную поддержку в самые сложные дни этих последних трёх лет.

A jako další bych chtěla poděkovat mé jedinečné spolubydlící Kiki za všechny ty dlouhé kuchyňské rozhovory, za všechna objetí a milá slova, když to bylo nejvíce potřeba.

Ich möchte mich auch bei Jacqueline, Carmen und Barbara für Hilfe mit der Korrektur der Arbeit herzlich bedanken. Die deutsche Grammatik kann eine große Herausforderung sein.

I na koniec chciałabym podziękować mojej ukochanej babci. Przez wszystkie lata była moim największym fanem i ogromnym wsparciem. Zawsze mogłam liczyć na jej ciepłe słowa, zrozumienie i dobrą radę. Właśnie dlatego tę pracę chciałabym dedykować dla niej, mając nadzieję, że gdziekolwiek jest, cieszy się ogromnie z każdego mojego sukcesu.

DLA BASI

Inhaltsverzeichnis

1 Einleitung 8
2 Theoretische Grundlagen 10
2.1 Asphalt 10
2.1.1 Definition (Hutschenreuther, 2010) 10
2.1.2 Asphalttypen (Hutschenreuther, 2010) 10
2.2 Gestein (Hutschenreuther, 2010; Neroth, 2011; Müller, 2002) 12
2.2.1 Definitionen 12
2.2.2 Gesteinstypen 12
2.2.3 Füller 13
2.3 Bitumen 14
2.3.1 Definitionen 14
2.3.2 Bitumentypen 14
2.3.3 Chemischer Aufbau von Bitumen 15
2.3.4 Prüfverfahren des Bitumens 15
2.3.5 Rheologische Eigenschaften von Bitumen 17
2.4 Prozess der Bitumenalterung 17
2.4.1 Alterungsmechanismen von Bitumen (Hutschenreuther, 2010; Neroth, 2011) 17
2.4.2 Alterungsstufen 18
2.4.3 Alterungsmethoden 19
3 Massenspektrometrie und Restgasanalyse 25
3.1 Grundlagen 25
3.1.1 Massenspektrometrie 25
3.1.2 Verwendete Geräte 29
3.1.3 Luftzusammensetzung 31
3.1.4 Ozon (O_3) 32
3.2 RGA Versuchsprogramm 35
3.3 RGA Ergebnisse und Diskussion 36
3.3.1 Oxy3 - mit und ohne Anwärmspirale 36
3.3.2 Oxy3 - ohne Anwärmspirale, mit und ohne Luftkühlung 37

3.3.3 ANSEROS COM - mit Anwärmspirale (70 und 90 Grad), mit Leistung 0%-30%, Einfluss der Anwärmspiralen 38
3.3.4 ANSEROS COM - mit Anwärmspirale (70, 90 und 120 Grad) und ohne Anwärmspirale, Einfluss der Temperatur des Ölbades 40
3.3.5 ANSEROS COM - mit Anwärmspirale (70 Grad), drei unterschiedliche Versuche mit gleichen Bedingungen, Wiederholbarkeit der Versuche 41
3.3.6 ANSEROS COM - mit Anwärmspirale (120 Grad), nach Abschaltung des Ozongenerators 43
3.4 RGA Zusammenfassung 43
4 Einfluss Hohlraumgehalt und Temperatur auf Steifigkeit bei IT-CY und Wiederholungsprüfungen 45
4.1 Materialien 45
4.2 Herstellung der Probekörper 48
4.2.1 Bestimmung der Rohdichte des Materials (CEN, EN 12967-5, 2010) 48
4.2.2 Bestimmung der Raumdichte der Probekörper (CEN, EN 12967-6, 2007) 48
4.2.3 Bestimmung des Hohlraumgehaltes (CEN, EN 12967-8, 2003) 49
4.3 Prüfmethoden 49
4.3.1 Spaltzug – Schwellversuch (FGSV AL Sp-Asphalt 09, 2009) 49
4.3.2 Aufbau des Prüfgerätes 50
4.3.3 Versuchsparameter 51
4.3.4 Auswertung der Resultate (FGSV AL Sp-Asphalt 09, 2009) 53
4.4 Prüfprogramm 55
4.5 Ergebnisse und Diskussion 56
4.5.1 Einfluss Hohlraumgehalt und Temperatur auf Steifigkeiten bei IT-CY 56
4.5.2 Einfluss Temperatur und Hohlraumgehalt auf Phasenwinkel bei IT-CY 60
4.5.3 Zweimalige Wiederholungsprüfungen 65
4.6 Zusammenfassung 69
5 Viennese Aging Procedure – VAPro 71
5.1 Materialien 71
5.2 Herstellung der Probekörper 73
5.3 Prüfmethoden 74
5.3.1 Rückgewinnung des Bitumens 74
5.3.2 Ermittlung der Steifigkeit des Bitumens 74

5.3.3 Alterungsversuche – VAPro - Methode 77
5.4 Prüfprogramm 82
5.5 Ergebnisse und Diskussion 84
5.5.1 Veränderung der Materialeigenschaften von Bitumen 84
5.5.2 Durchströmung mit ozonangereicherter Druckluft – Herausforderungen und mögliche Schäden 86
5.6 Zusammenfassung 87
6 Schlussfolgerungen und Ausblick 89
Literaturverzeichnis 90
Abbildungsverzeichnis 93
Tabellenverzeichnis 96
Anhang 97

1 Einleitung

Bitumen wird als organisches Bindemittel zusammen mit der Gesteinskörnung für die Herstellung von Asphaltmischgut verwendet und unterliegt starken Veränderungen während der gesamten Lebensdauer. Das visko-elastische Materialverhalten ändert sich bedeutsam im Laufe der Zeit, die Steifigkeit nimmt zu und die Sprödheit steigt. Diese Prozesse beeinflussen stark das Tieftemperaturverhalten und die Ermüdung des Materials. Ein besseres Verständnis für die Prozesse, die in den Asphaltaufbauten stattfinden, soll in der Zukunft bei der Produktion der hochwertigen Materialien mit den hohen Anforderungen an die Qualität von Nutzen sein.

Die Alterung des Bitumens besteht aus der sogenannten Kurz- und Langzeitalterung. Die Kurzzeitalterung bezeichnet Prozesse, wie Bitumentransport, Heißlagerung bzw. Mischung und beschreibt die thermische Alterung unter Temperatur- und Sauerstoffeinfluss. Die Dauer der Alterung erstreckt sich über einige Stunden. Die weit verbreitete Methode zur Simulation der Alterung im Labor ist RTFOT (Roll Thin Film Oven Test). Die Langzeitalterung beschreibt jenen Prozess, welcher nach fünf bis zehn Jahren Liegedauer ab dem Einbau erreicht wird. In diesem Zeitraum findet auch die langsame Oxidation der oberen Schichten, verursacht durch den atmosphärischen Sauerstoff und Gase wie Ozon und Stickoxide, statt und die kolloidale Struktur verändert sich. Diese Veränderungen im Bitumen treten über die gesamte Lebensdauer insbesondere der Fahrbahndecke auf und können im Labor mit der Hilfe von PAV (Pressure Aging Vessel) simuliert werden.

In den letzten Jahren sind unterschiedliche Methoden zur Simulation der Alterung entstanden, die alle sowohl Vor- als auch Nachteile haben. Ziemlich oft werden Methoden mit Versuchsbedingungen angewandt, die in der Realität nicht vorhanden sind, wie z.B. hohe Temperaturen bzw. hoher Druck. Deshalb ist das Ziel einer Laboralterung, die realen Bedingungen so zu simulieren, dass sie den Bedingungen im Feld entsprechen und vor allem die oxidativen Vorgänge der Alterung berücksichtigen.

In dieser Arbeit wird das Viennese Aging Procedure - VAPro angewandt und eine Studie mit alternativen Gasen wurde durchgeführt. Mit Hilfe von Spaltzug – Schwellversuchen (IT-CY) an Asphaltprobekörper und Prüfungen an rückgewonnenem Bitumen können die Veränderungen der Materialeigenschaften ermittelt werden. Außerdem wurden Untersuchungen in Bezug auf den Einfluss des Hohlraumgehalts und mehrmaliger Prüfung am Spaltzug – Schwellversuch durchgeführt.

Zusätzliche Labortests mit Hilfe eines Massenspektrometers beschreiben die Zusammensetzung des Gasgemisches, das für die Durchströmung der Probekörper verwendet wurde. Das Verständnis für das Verhalten des Durchströmungsmediums und die Optimierung der Zusammensetzung kann eine schnellere und wirksamere Simulation der Langzeitalterung gewährleisten und die Effektivität der Versuche verbessern.

Diese Diplomarbeit enthält sechs Kapitel. Der erste Teil umfasst eine Einleitung zum Thema der Arbeit. Kapitel 2 - „Theoretische Grundlagen“ beschreibt eine Literaturrecherche über die Bestandsteile des Asphaltmischguts mit den Typen und den Definitionen, den Alterungsmechanismen und Alterungsstufen des Bitumens, bzw. existierenden Alterungsmethoden. In dem dritten Kapitel „Massenspektrometrie und Restgasanalyse“ werden die Grundlagen der Restgasanalyse und Massenspektrometrie und ihre Bedeutung für die Effektivität der Bitumenalterung vorgestellt. Kapitel 4 „Einfluss Hohlraumgehalt und Temperatur auf die Steifigkeit bei IT-CY und Wiederholungsprüfungen“ stellt die Ergebnisse der Prüfungen der Steifigkeit der Asphaltprobekörper dar und zeigt auf, wie die verschiedenen Parameter die Resultate beeinflussen. Im Kapitel 5 „Viennese Aging Procedure – VAPro“ werden die eingesetzten Materialien, der Herstellungsprozess der Probekörper, die Prüfmethoden, das Prüfprogramm und die Ergebnisse der Alterung mittels VAPro gezeigt und analysiert. Das letzte Kapitel umfasst einen allgemeinen Ausblick der Arbeit und die endgültigen Schlussfolgerungen.

2 Theoretische Grundlagen

Das Kapitel „Theoretische Grundlagen“ enthält die wichtigsten Informationen über die Stoffe, Materialien und Methoden, welche für diese Diplomarbeit von Bedeutung sind. Es werden jene Begriffe erklärt, die zur Beschreibung der Versuche, Ergebnisse und Schlussfolgerungen dienen. Die kurze Zusammenfassung der wichtigsten Begriffe umfasst die Zusammensetzung von Asphalt und die Eigenschaften der einzelnen Komponenten (u.a. Gestein und Bitumen). Der größte Teil des Kapitels ist den Mechanismen, Typen und Methoden der Alterung des Bitumens und deren Bedeutung für Asphaltaufbauten gewidmet.

2.1 Asphalt

2.1.1 Definition (Hutschenreuther, 2010)

Asphalt bezeichnet einen Baustoff, der aus Gesteinskörnungen, Bitumen und gegebenenfalls Zusätzen hergestellt wird. Asphalt ist als Baustoff in verschiedenen Baubranchen weit verbreitet und wird im Straßenbau, Wasserbau, Deponiebau, Brückenbau bzw. im Hoch- und Industriebau eingesetzt. Bitumen wird als Bindemittel für die Asphaltproduktion benötigt und dessen Anteil beträgt je nach Asphaltmischgutsorte zwischen 3 und 8 M.-% (durchschnittlich 5 M.-%). Der zweite Bestandteil bildet das Gesteinsmaterial mit im Durschnitt 95 M.-% Anteil.

2.1.2 Asphalttypen (Hutschenreuther, 2010)

Asphaltbeton (AC = Asphalt Concrete)

Asphaltbeton besteht aus einem grob- und feinkörnigen Gesteinskörnungsgemisch, Füller und Bitumen dienen als Bindemittel. Asphaltbeton ist ein hohlraumarmes Gemisch und kann als Deckschicht bei Straßen aller Bauklassen eingesetzt werden. Die Lagerungsdichte und Korngrößenverteilung ändert sich unter Verkehrsbeanspruchung nur wenig. Der Einbau findet zumeist in heißem Zustand und mit einem Fertiger statt. Der Hohlraumgehalt der verdichteten Asphaltbetondeckschichten soll 6 Vol.-% nicht überschreiten. Asphaltbeton wird durch eine schwere Verdichtbarkeit und hohe Verformungsbeständigkeit charakterisiert.

Splittmastixasphalt (SMA = Stone Mastic Asphalt)

Splittmastixasphalt wird aus den Gesteinskörnungsgemischen mit abgestufter Korngrößenverteilung (Ausfallkörnung) und Bitumen als Bindemittel hergestellt. Außerdem können stabilisierende Zusätze hinzugegeben werden. Die Zusammensetzung des Mischguts gewährleistet keine Verformungen bei auftretender Verkehrsbelastung. Splittmastixasphalt bietet eine hohe Standfestigkeit unter schweren Verkehrsbeanspruchungen bzw. bei hohen Temperaturen und wird heutzutage unter extremen klimatischen Bedingungen eingesetzt.

Bei SMA ist ein hoher Bindemittelgehalt erforderlich. Die speziellen Splittmastixasphalt-Typen können auch zur Lärmminderung genutzt werden.

Offenporiger Asphalt (PA = Porous Asphalt)

Beim offenporigen Asphalt weist die verdichtete Schicht einen hohen Hohlraumgehalt (bis zu mehr als 17 Vol.-%) und eine hohe Ebenheit auf. Dank der Verbindung zwischen den vorhandenen Hohlräumen wird eine gute Lärmminderung und drainierende Wirkung sichergestellt. Ein hoher Hohlraumgehalt und eine hohe Verformungsstabilität werden durch das Monokorngerüst hergestellt, weshalb die entsprechende Gesteinszusammensetzung und die geeignete Klebekraft des Bitumens von großer Bedeutung sind. Dieser Asphalttyp kann zur Senkung des Lärmpegels auf Schnellstraßen und zur Vergrößerung der Sicherheit in Bezug auf Aquaplaning verwendet werden. Offenporiger Asphalt soll nur auf Straßen mit relativ geringen Verschmutzungen eingebaut werden. Deckschichten aus diesem Asphalttyp sind weniger alterungsbeständig, weil sie keine Dichtheit aufweisen. Durch die offene Oberfläche, ist der Winterdienst oft mit größerem Aufwand verbunden. Hier ist eine vielfache Menge des Streumaterials bei Glatteisbildung notwendig, um die entsprechende Sicherheit zu gewährleisten.

Gussasphalt (MA = Mastic Asphalt)

Wie bei Walzasphalten, setzt sich Gussasphalt aus Gesteinskörnungsgemischen mit abgestufter Korngrößenverteilung und Bitumen als Bindemittel zusammen. Die Tragfunktion wird nicht durch das Gesteinskörnungsgerüst, sondern durch eine durchgehende Mörtelphase gewährleistet. Diese Mörtelphase füllt gänzlich die Hohlräume im Gesteinskörnungsgemisch. Im Einbauzustand ist Gussasphalt wegen des geringen Bitumenüberschusses gieß- und streichbar und es ist keine Verdichtung erforderlich. MA hat vielseitige Einsatzmöglichkeiten nicht nur im Straßenbau, sondern findet auch im Wasser-, Hoch- oder Brückenbau Anwendung. Die wichtigsten Eigenschaften sind:

- gute Verformungsbeständigkeit
- Abriebfestigkeit
- sofortige Verwendung nach Fertigstellung
- Wasserdichtheit
- Tausalzbeständigkeit.

Die oben genannten Asphalttypen werden im Straßenbau für Asphaltdeckschichten verwendet, unterliegen direktem Einfluss der Witterung bzw. des Verkehrs und sind als oberer Abschluss der Asphaltkonstruktion starken Beanspruchungen ausgesetzt.

2.2 Gestein (Hutschenreuther, 2010; Neroth, 2011; Müller, 2002)

2.2.1 Definitionen

Mineralien sind in sich einheitliche, natürlich entstandene Teile der Erdrinde und können auf verschiedene Arten entstehen. Die meisten Mineralien weisen eine bestimmte, chemische Zusammensetzung auf.

Ein Gestein ist ein fester Bestandteil der Erdrinde, zusammengesetzt aus einem oder mehreren Mineralien in homogenem Zustand. Es ist zwischen Festgesteinen (Fels) und Lockergesteinen (Kies, Sand, Schluff, Ton und Steine) zu unterscheiden.

Ein Naturstein beschreibt ein natürlich gewachsenes Gestein, das durch die geologischen Vorgänge gebildet wurde. Die Natursteine kommen auf der Erde in großer Vielfalt vor und werden im Straßenbau in den verschiedensten Formen eingesetzt.

2.2.2 Gesteinstypen

Geologische und physikochemische Bedingungen der Gesteinsbildung bezeichnen die Kombinationsmöglichkeiten der Mineralien und die chemische Zusammensetzung der Gesteine. Nach genetischen Gesichtspunkten kann man Felsgesteine in drei Gruppen unterteilen: Magmagesteine, Sedimentgesteine und metamorphe Gesteine.

Magmatische Gesteine (Erstarrungsgesteine)

Magmatische Gesteine entstehen durch die Erstarrung von Gesteinsschmelze aus dem Erdinneren. Es ist zwischen zwei Haupttypen bei Magmatiten zu unterscheiden: die Tiefengesteine (Plutonite) und die Erdgussgesteine (Vulkanite). Plutonite entstehen in tieferen Stockwerken der Erdkruste und erst nach der langsamen Abkühlung findet die grobkörnige Kristallisation statt (z.B. Granit und Gabbro). Vulkanite entstehen durch vulkanische Aktivität und infolge der raschen Abkühlung an der Oberfläche entsteht eine feinkörnige Struktur (z.B. Basalt). Bei vielen Ergussgesteinen enthält das Gefüge auch größere Mineralkörner (Einsprenglinge), die vor Erreichen der Erdoberfläche auskristallisierten.

Sedimentgesteine (Ablagerungsgesteine)

Sedimentgesteine entstehen durch Verwitterung von Gesteinen an der Erdoberfläche. Verwitterung umfasst Wetterelemente wie Frost, Regen und Sonneneinstrahlung aber auch Gesteinszerstörung durch Organismen und Säuren. Man unterscheidet zwei Haupttypen von Sedimenten: Klastische Sedimente (Trümmergesteine) und Organogene Sedimente. Die erste Gruppe beschreibt die Gesteine, die mittels mechanischer Zertrümmerung entstanden sind. Organogene Sedimente entstehen bei der starken Mitwirkung von Organismen. Die Vertreter der Sedimente sind z.B.:

- Sandstein
- Kalkstein
- Dolomit
- Anthrazit
- Anhydrit

Metamorphe Gesteine (Umwandlungsgesteine)

Metamorphite entstehen aus magmatischen Gesteinen oder Sedimentgesteinen durch die Umwandlung unter hohem Druck und/oder hohen Temperaturen oder durch chemische Einflüsse. Infolge dieser Umwandlung (Metamorphose) ändert sich das Gefüge des Gesteins und seine Eigenschaften bzw. Farbe. Man unterscheidet zwei verschiedene Typen der Metamorphose: Kontaktmetamorphose (kleinräumig) mit Aufdringen von magmatischem Material und Regionalmetamorphose (weiträumig), die eine starke Überlagerung von fremden Gesteinsschichten bezeichnet. Nach dem Ausgangsgestein ist zwischen Orthogesteinen, die aus Magmatiten stammen und Paragesteinen, welche aus Sedimenten entstehen, zu unterscheiden. Zu Metamorphiten gehören z.B.:

- Gneise
- Granulit
- Amphibolit
- Quarzit
- Marmor

2.2.3 Füller

Die Bezeichnung Füller (Gesteinsmehl) beschreibt eine Gesteinskörnung, deren überwiegender Teil durch das Sieb mit 0,063mm Lochgröße hindurchgeht. Füller werden zu anderen Baustoffen zugegeben, um bestimmte Eigenschaften zu erreichen. Man unterscheidet zwischen Mischfüller, Fremdfüller und Eigenfüller. Mischfüller haben einen mineralischen Ursprung und wurden mit Calciumhydroxid gemischt. Fremdfüller sind ein mineralischer Füller, der aus einer anderen Gesteinsmischung separat hergestellt wurde und Eigenfüller besteht aus groben und feinen Gesteinskörnungen. Die Füller beeinflussen stark die Verdichtbarkeit und die Verarbeitbarkeit des Asphalts und deshalb sind die entsprechenden Eigenschaften, eine gute Qualität und geeignete Menge des Füllers von großer Bedeutung. Er spielt auch eine wichtige Rolle bei der Bildung eines steifen Mörtels und füllt die Hohlräume im Korngerüst.

2.3 Bitumen

2.3.1 Definitionen

Bitumen sind schwer-flüchtige, praktisch geruchslose, dunkelfarbige Gemische aus vielen unterschiedlichen Stoffen, die meistens aus Kohlenwasserstoffen und Kohlenwasserstoffderivativen bestehen. Bitumen kann auch Schwefel, Sauerstoff, Stickstoff und Spuren von einzelnen Metallen enthalten. Bitumen wird bei der Aufbereitung geeigneter Rohöle gewonnen. Als Substanz ist es gegen viele Chemikalien und der Einwirkung von Wasser resistent. (Hutschenreuther, 2010)

2.3.2 Bitumentypen

Die Abbildung 2.1 zeigt die Terminologie des Kohlenwasserstoff – Bindemittels mit der Markierung der wichtigsten Typen, die für Asphaltaufbauten verwendet werden können. Straßenbaubitumen bezeichnet alle Bitumensorten, die zur Herstellung der Verkehrsflächen eingesetzt werden. Dieser Typ wird bei der Nadelpenetration bei einer Temperatur von +25°C ermittelt. Die Werte der Prüfung sollen zwischen den gegebenen Grenzen, z.B. 70/100, liegen und sind in 1/10mm dargestellt. Die rheologischen Eigenschaften von modifizierten Bitumen werden bei der Herstellung durch Benutzung der chemischen Zusätze modifiziert. Am häufigsten entsteht modifiziertes Bitumen aus Straßenbaubitumen, in dem 3-5 M.-% Polymere eingearbeitet wurden (z.B. PE – Polyethylen). Die Zusätze beeinflussen vor allem das Temperatur-Viskosität-Verhalten des Bitumens und sind unter anderem für den Anstieg des Erweichungspunktes, also die Verschiebung der Konsistenz zu einem härteren Bitumen, verantwortlich. (Neroth, 2011)

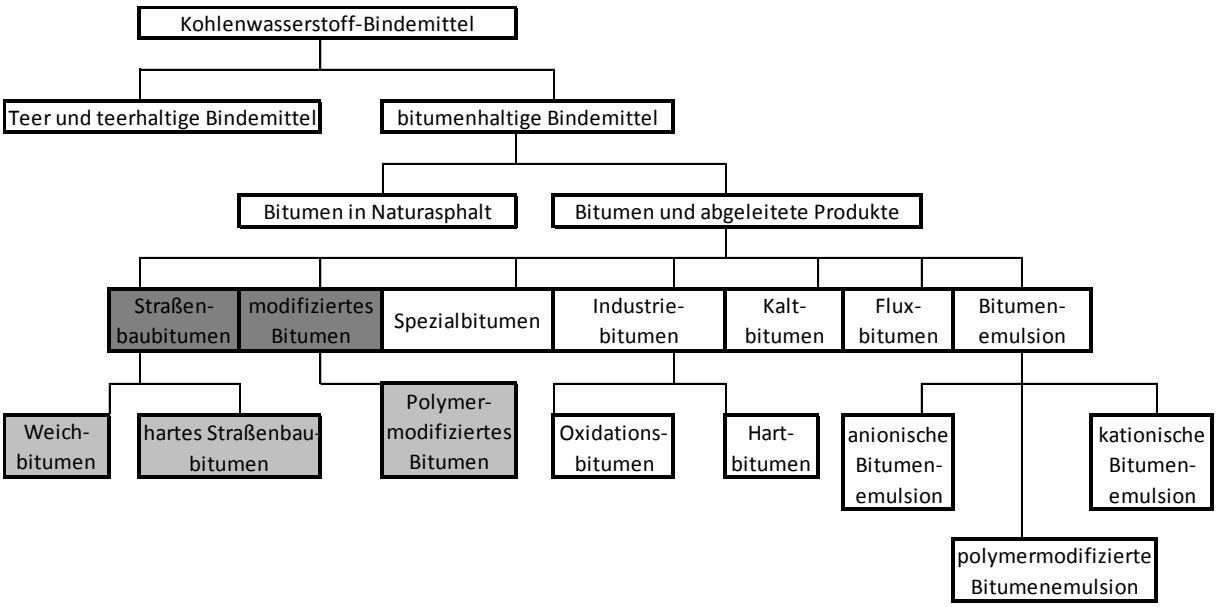


Abbildung 2.1: Terminologie der Kohlenwasserstoff – Bindemittel (nach Neroth, 2011)

2.3.3 Chemischer Aufbau von Bitumen

Bitumen ist wie Rohöl ein Naturprodukt. Die genaue chemische Zusammensetzung des Bitumens ist nicht bekannt, weil es sich aus verschiedenen Kohlenwasserstoff-Gruppen zusammensetzt. Bitumen ist ein Kolloidsystem, das aus zwei verschiedenen Teilen besteht:

- Disperse Phase – Rohölharze und Asphaltene (feste, elastische, steifigkeitsgebende Phase)
- Kontinuierliche Phase – Maltene (viskose, flüssige, ölige Phase) (Müller, 2002)

Die disperse Phase umfasst die hochmolekularen Komponenten und weist eine Vielfalt an polaren Verbindungen auf. Diese elastische Phase ist durch eine hohe Polarität charakterisiert. Die kontinuierliche Phase beschreibt Maltene, also Paraffine und Aromaten, die durch viskoses Verhalten und eine geringere Polarität gekennzeichnet sind. Die Eigenschaften von Bitumen sind untrennbar mit dem Verhältnis Asphaltene – Maltene verbunden. In diesem System befindet sich eine disperse Phase (Aphaltene) in einer zusammenhängenden Phase (Maltene). (Müller, 2002) Die Abbildung 2.2 zeigt das kolloide System des Bitumens.

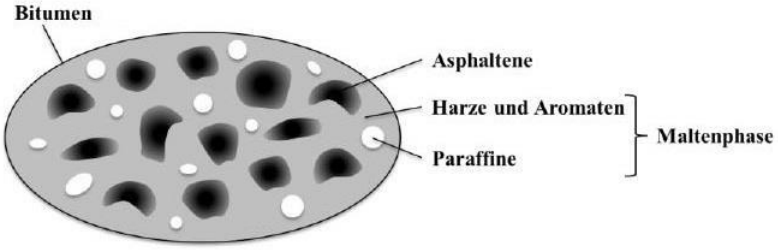


Abbildung 2.2: Mikro - mechanische Darstellung des kolloiden Systems des Bitumens (Hofko, 2014)

2.3.4 Prüfverfahren des Bitumens

Straßenbitumen unterliegt strengen Anforderungen, weil es einen großen Einfluss auf das Asphaltmischgut und die ausreichende Lebensdauer der Straßenaufbauten aufweist. Die Lieferbedingungen bestimmen die Eigenschaften und das entsprechende Prüfverfahren. Es gibt viele unterschiedliche Verfahren, um die erforderlichen Eigenschaften des Straßenbitumens zu ermitteln. Drei Hauptprüfungen werden zur Einteilung und Klassifizierung der Bitumensorten eingesetzt. (Hutschenreuther, 2010)

1. Nadelpenetration bestimmt das Maß der Bitumenhärte mittels Penetrometer. Die Nadel mit definierter Form und Gewicht dringt in einer vorgegebenen Zeit und bei einer bestimmten Temperatur in den Bitumenkörper ein. Der Weg der Nadel wird gemessen und in 1/10mm ausgedrückt. (Hutschenreuther, 2010)
2. Erweichungspunkt Ring und Kugel gibt Auskunft über den Temperaturwert, bei welchem das Bitumen vom festen zum flüssigen Aggregatzustand wechselt. Der

Temperaturpunkt wird gemessen, wenn eine Bitumenschicht, die sich in einem Messingring befindet, durch das Gewicht einer Kugel eine bestimmte Verformung aufweist. (Hutschenreuther, 2010)

3. Brechpunkt nach Fraaß ermittelt den Übergang des Bitumens zwischen zähplastischem und festem Zustand. Ein dünner Bitumenfilm wird zuerst auf ein Metallplättchen aufgeschmolzen und aufgepresst. Die Probe wird abgekühlt und dynamisch bei Biegung belastet. Wenn der Bitumenfilm reißt bzw. bricht, wird die Temperatur des Brechpunktes nach Fraaß bestimmt. (Hutschenreuther, 2010)

Die Differenz in den Temperaturen zwischen Erweichungspunkt Ring und Kugel und Brechpunkt nach Fraaß wird als die Plastizitätspanne des Bitumens bezeichnet. Je größere die Plastizitätsspanne ist, desto weniger ist das Bitumen von Temperaturänderungen abhängig. (Neroth, 2011) Abbildung 2.3 stellt die Messprinzipien für allgemeine Prüfverfahren zur Klassifizierung des Bitumens dar.

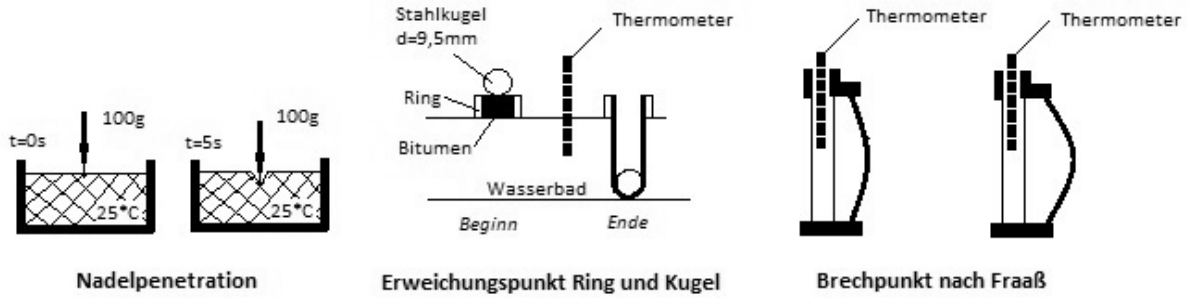


Abbildung 2.3: Messprinzipien für Nadelpenetration, Erweichungspunkt Ring und Kugel, Brechpunkt nach Fraaß (nach Neroth, 2011)

Die anderen unterschiedlichen Prüfungen können zur Bestimmung der Duktilität, des Gehaltes an Paraffinen, des Verformungsverhaltens oder Alterungsverfahrens benutzt werden. Für polymermodifiziertes Bitumen (PmB) sind zusätzliche Prüfungen erforderlich wie Kraftduktilität, Homogenität nach Heißlagerung oder elastische Rückstellung, die das Straßenbaubitumen und das polymermodifizierte Bitumen voneinander zu unterscheiden erlaubt. Zur Ermittlung der elastischen Rückstellung werden die Proben bis zu 200mm Fadenlänge in einem Duktilometer bei einer Temperatur von +25°C gedehnt. Innerhalb von zehn Sekunden wird die Probe genau in der Mitte mit einer Schere geteilt und für 30 Minuten belassen. Nach dieser Zeit wird der Abstand zwischen den beiden Fadenenden gemessen. Der Quotient zwischen dem gemessenem Wert und der ursprünglichen Fadenlänge von 200mm in % stellt das Endergebnis dar. (Hutschenreuther, 2010) Die Abbildung 2.4 zeigt das Messprinzip des Versuchs.

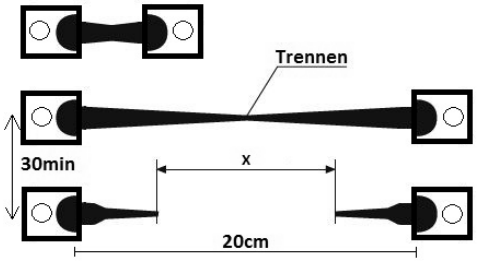


Abbildung 2.4: Messprinzip für die elastische Rückstellung von polymermodifiziertem Bitumen (nach Neroth, 2011)

2.3.5 Rheologische Eigenschaften von Bitumen

Ein wichtiger Aspekt bei der Bitumenverarbeitung ist das Verständnis vom visko - elastischen Verhalten des Bitumens. Die Steifigkeit des Bitumens hängt von der Härte, Viskosität, Temperatur und Geschwindigkeit der Belastung ab. Mit größerer Härte nimmt der viskose Anteil ab. Wenn die Zeit der Belastung kurz ist, ist der elastische Anteil maßgebend – die vorhandene Verformung stellt sich nach der Entlastung der Last wieder zurück. Bei längerer Belastung steigen die viskosen Anteile, die sowohl zeitabhängig als auch irreversibel sind. Die hervorgerufene Verformung wird völlig oder teilweise bleiben. (Neroth, 2011)

2.4 Prozess der Bitumenalterung

2.4.1 Alterungsmechanismen von Bitumen (Hutschenreuther, 2010; Neroth, 2011)

Alterungsmechanismen beschreiben jene Prozesse, die während des gesamten Lebenszyklus die Eigenschaften von Bitumen verändern. Das Bitumen wird mit der Zeit steifer bzw. spröder und seine Gebrauchseigenschaften werden sich verschlechtern. Sonneneinstrahlung, Temperatur, Feuchtigkeit, Luftsauerstoff und Verkehrsbelastung (Schadstoffe und mechanische Belastung) beeinflussen die Alterungsprozesse. Man unterscheidet drei Alterungsmechanismen:

Destillative Alterung (Verdunstungsalterung) ist eine physikalische Alterung. Sie findet statt, wenn die leichtflüchtigen Ölanteile durch hohe Temperaturen verdunsten. Dieser Vorgang passiert am häufigsten bei der Asphaltherstellung und -verarbeitung und beeinflusst deshalb besonders stark das Heißlagerungsverhalten von Bitumen in Tankanlagen. Die destillative Alterung wird von folgenden Faktoren beeinflusst:

- Spezifische Oberfläche – wenn die Luft größere Eintrittsmöglichkeiten besitzt, steigt entsprechend die destillative Alterung
- Temperatur – mit höherer Temperatur nimmt die Menge der verdampfenden Ölanteile zu
- Bitumensorte – bei weichem Bitumen findet Alterung schneller statt

Oxidative Alterung ist eine chemische Alterung, die auf der Reaktion mit Luftsauerstoff basiert. Diese Alterung passiert meistens photochemisch. Durch Licht werden unterschiedliche chemische Verbindungen aufgespaltet und gebrochen. Diese Oxidations- und Dehydrationsreaktionen kreieren Aphaltene aus den Erdölharzen. Die stabilisierende Wirkung von Harzen wird verringert und es kommt zu einem Ungleichgewicht im System. Das Ausmaß und die Geschwindigkeit der oxidativen Verhärtung hängen von folgenden Faktoren ab:

- Temperatur – mit höherer Temperatur nimmt die Wirkung der Alterung zu
- Licht – Einwirkung des Lichts beschleunigt die Oxidation
- Luftzutrittsmöglichkeit – bei gutem Zutritt der Luft zur Bitumenoberfläche findet die Oxidation schneller statt

Strukturalterung passiert, wenn die Asphaltene und Erdöl-Harze vergrößert werden. Dieser Prozess ist nicht reversibel, verursacht Strukturveränderung und in seinem Verlauf steigen die Härte und Festigkeit des Bitumens. Gleichzeitig verliert das Material an Elastizität und Plastizität. Die Alterung kann auch zu einer kleinen Volumenverringerung und zur Versprödung führen. Abbildung 2.5 zeigt das mikro-mechanische Modell des Bitumens nach der Strukturalterung. Der Anstieg des Asphaltengehalts führt zu stärkeren Interaktionen und verursacht als Folge Versteifung.

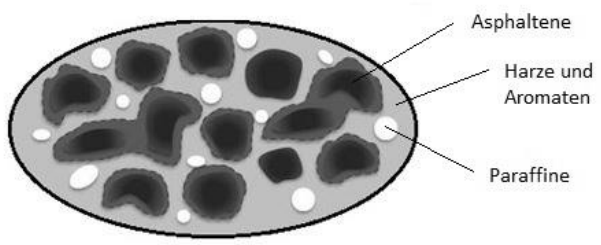


Abbildung 2.5: Darstellung der Strukturalterung des Bitumens (Hofko, 2014)

2.4.2 Alterungsstufen

1. Ungealtert „A“ (unverwendetes gebrauchsfertiges Bitumen aus der Raffinerie; Frischbitumen)
2. Kurzzeitgealtert „B“ (umfasst Bitumentransport, Heißlagerung, Pumpvorgänge, Mischen, Asphalttransport und Mischguteinbau)
3. Langzeitgealtert „C“ (erreicht nach fünf bis zehn Jahren Liegedauer ab Fertigstellung des Einbaus) (Read, 2003)

Kurzzeitalterung beschreibt die Verdunstung verbliebener Komponenten bei hohen Temperaturen. Es handelt sich hierbei um einen chemisch – physikalischen Prozess und er beschreibt die thermische Alterung bei Wirkung der Temperatur oder des Luftsauerstoffes.

Abhängig von diesen Bedingungen kann eine Veränderung der Masse bzw. der Gebrauchseigenschaften stattfinden. (Müller, 2002)

Langzeitalterung ist ein chemischer Prozess, bei welchem der Luftsauerstoff bzw. die UV-Strahlung als Katalysatoren wirken und die Bildung von Asphaltenen ermöglichen. Wegen der oxidativen Reaktionen steigt die Härte des Bitumens. (Müller, 2002)

Bei der Alterung kann die Veränderung der Gebrauchseigenschaften festgestellt werden. Da die Viskosität steigt, tritt eine Verminderung der Penetration und eine Vergrößerung des Erweichungspunktes Ring und Kugel auf.

Die Abbildung 2.6 zeigt die schematischen Alterungsstufen. Die Dauer der Prozesse hängt von Umwelteinflüssen, vom Bitumentyp und der Verarbeitung ab.

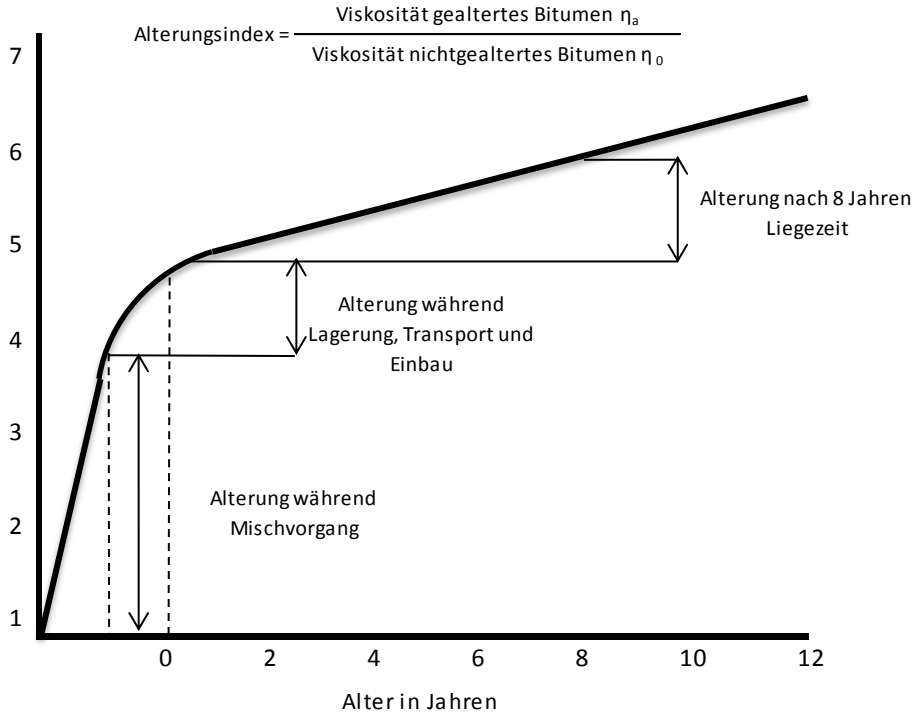


Abbildung 2.6: Schematischer Verlauf der Bitumenalterung (nach Read, 2003)

2.4.3 Alterungsmethoden

2.4.3.1 Alterungsmedien

In den letzten Jahren wurden viele Methoden entwickelt, um die Alterung des Bitumens im Labor effektiv zu simulieren. Meistens handelt es sich hier um Prozesse der Langzeitalterung, die in der Realität zwischen fünf und zehn Jahren dauern. Die neuen Methoden versuchen, dieselben Änderungen der Struktur von Bitumen in kürzerer Zeit realistisch nachzubilden. Die Bitumenalterung beeinflusst die Haltbarkeit und Recyclingmöglichkeiten von Asphaltaufbauten und deshalb ist es entscheidend, das entsprechende Verhalten und die eventuelle Veränderung des Bitumens schon bei der Mischgutgestaltung zu kennen.

Heutzutage ermöglicht dieses Wissen eine effiziente Kostengestaltung, sowie die Abschätzung des Energieverbrauchs und eine längere Lebensdauer.

Zu den wichtigen Alterungsmedien gehören z.B.:

- UV-Strahlung
- Wasserlösliche Gase
- Mineralstäube
- Reaktive Gase z.B.: Ozon (O_3), Stickoxide (NO_x)
- Temperatur (Hospodka, 2013)

2.4.3.2 Von der Feldalterung zur Laboralterung

Die Alterungsmethoden kann man in Labor- und Feldalterungsmethoden unterteilen:

- Feldalterung - die natürliche Alterung des Bitumens in der Umwelt
- Laboralterung - zeitraffende Alterung des Bitumens, welche Eigenschaften nach Kurz- und Langzeitalterung durch existierende Prüfmethoden darstellt (Hospodka, 2013)

Um die Feldalterung zu simulieren, benutzt man zur Anpassung des Frischbitumens an die Projektvorgaben die Laboralterung. In den letzten Jahren wurden mehr als 30 weitere Alterungsmethoden entwickelt, die sich aber stark anhand der verwendeten Parameter unterscheiden.

Bevor ein Alterungsprozess im Labor durchgeführt wird, werden zuerst Probekörper aus ungealtertem Frischbitumen und Gesteinskörnungen hergestellt. Die Alterung von Bitumen ist dem Prozessablauf in der Mischanlage ähnlich. Nach der Verdichtung, die eine mechanische Belastung darstellt, kann man die Kurzzeitalterung im Labor und im Feld vergleichen.

Bei der Langzeitalterung spielen sowohl die zeitraffende Prozedur als auch die Einhaltung von realistischen Bedingungen eine große Rolle. Eine oxidative Alterung benötigt eine höhere Temperatur, um die Reaktivität des Oxidationsmittels zu vergrößern. Diese Simulation ermöglicht, die Gebrauchseigenschaften zwischen fünf und zehn Jahren nach dem Einbau zu beschreiben.

2.4.3.3 Bitumenalterungsmethoden im Labor

Bei der Laboralterung auf Bitumenseite unterscheidet man unter anderen die Methoden:

- Kurzzeitalterung:
    - RTFOT – Rolling Thin Film Oven Test
    - TFOT – Thin Film Oven Test
    - RTF – Rotating Flask Test
    - MRTFOT – Modified Rolling Thin Film Oven Test

- Langzeitalterung:
    - PAV – Pressure Aging Vessel
    - RCAT – Rotating Cylinder Aging Test (FEHRL, 2006)

Die weltweit am häufigsten benutzten Methoden sind RTFOT und PAV. Man wendet die RTFOT Methode an, um die Kurzzeitalterung im Labor zu simulieren und die Verbindung von RTFOT + PAV, um die Langzeitalterung darzustellen. Beide Methoden sind in den Abschnitten 2.4.3.4 bzw. 2.4.3.5 beschrieben, weil sie bei der Bewertung der Alterungsergebnisse in dieser Arbeit als Benchmark verwendet wurden.

2.4.3.4 RTFOT – Rolling Thin Film Oven Test (Litzka, 1998)

RTFOT ist die Methode zur Kurzzeitalterung des Bindemittels. Er erlaubt, die Auswirkungen von Hitze und Luft auf den dünnen, rollierenden Film des Bitumens zu bestimmen. RTFOT ist nicht für alle modifizierten Bindemittel bzw. Bindemittel mit zu hoher Viskosität geeignet. Es gibt aber keine genaue Anwendungsgrenze der Methode. RTFOT soll die Änderungen des Bitumens während folgender Prozesse simulieren:

- Transport des Bitumens
- Heißlagerung
- Pumpvorgänge
- Mischen im Asphaltmischwerk
- Asphalttransport zur Baustelle
- Einbau des Mischguts

Bei diesen Prozessen existieren hohe Temperaturen (zwischen 120°C und 185°C) und viel Kontakt mit dem Luftsauerstoff. Deswegen versucht RTFOT, diesen Bedingungen möglichst gerecht zu werden. Die mit RTFOT gealterten Bitumen können für weitere Alterungsprozesse mit den anderen Methoden benutzt werden. Nach Durchführung dieses Versuches kann auch die Massenänderung des Bitumens wegen der oxidativen und destillativen Einflüsse beobachtet und gemessen werden.

Der Prozess findet in einem speziellen Ofen statt, wo ein Ventilator eine konstante Temperatur von 163°C innerhalb des Ofens garantiert. Im Innenraum befindet sich vertikal stehende Flaschentrommel, wo acht spezielle Flaschen (jede mit 35g von Bitumen) platziert werden, und eine Luftlanze. Zuerst wird die Trommel für 16 Stunden auf die erforderliche Temperatur erhitzt. Die Flaschen werden hineingestellt, der Ofen auf die gewünschte Temperatur für zehn Minuten temperiert und anschließend rotiert die Trommel langsam mit den horizontal liegenden Flaschen für 75 Minuten unter einem ständigen Luftstrom. Die Oxidationsprozesse werden durch einen Luftstrahl mit einer Temperatur von 163°C verstärkt. Zwei von acht Flaschen werden zur Massenverlustbestimmung verwendet. Der restliche Teil des Bindemittels kann für weitere Prüfungen (z.B. RV (Rotational Viscometer), DSR (Dynamic Shear Rheometer), PAV (Pressure Aging Vessel)) benutzt werden. Abbildung

2.7 zeigt das Schema des Versuchs und Abbildung 2.8 präsentiert die Flaschen, die für die Prüfung verwendet werden.

Hauptwerte der Prüfung:

- Temperatur: 163°C
- Alterungsdauer: 75 (+10) Minuten
- Drehzahl der Trommel: 15 Umdrehungen pro Minute
- Prüfergebnisse: Massenverlust [%] – soll weniger als 1% betragen

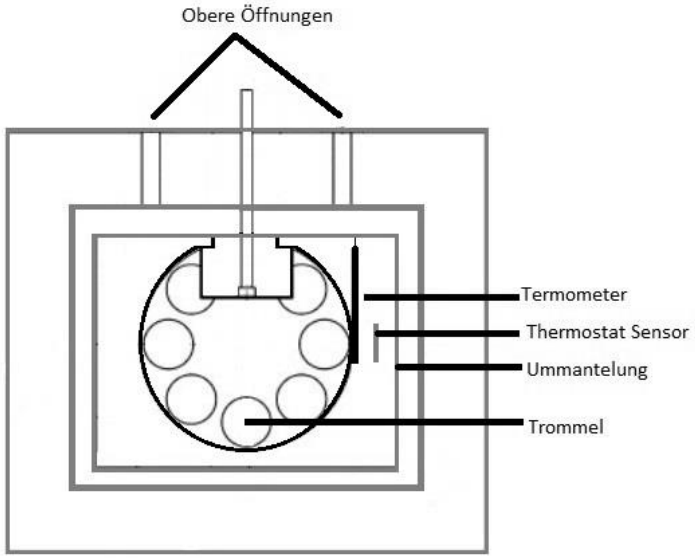


Abbildung 2.7: Vorderansicht der Wärmekammer (nach EN 12607-1, 2014)

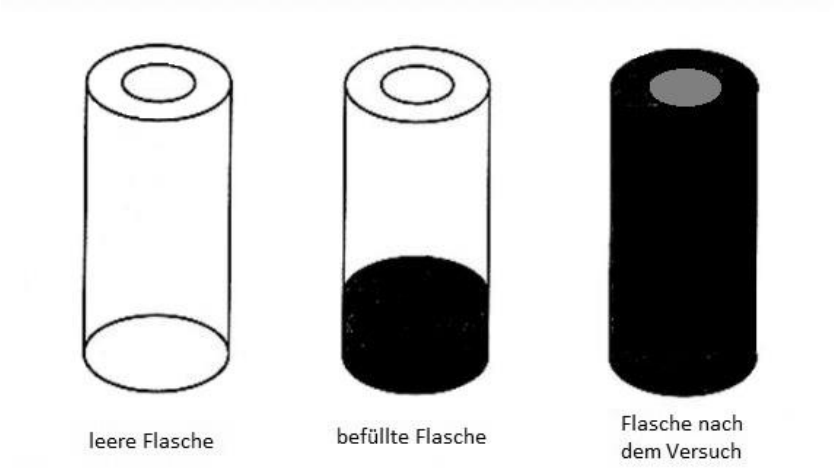


Abbildung 2.8: RTFOT - Quarzglasflaschen (Litzka, 1998)

2.4.3.5 PAV – Pressure Aging Vessel (Litzka, 1998)

Im Gegensatz zum RTFOT erlaubt PAV, eine Simulation der Veränderungen des Bitumens von fünf bis zehn Jahren Asphaltliegedauer durchzuführen. Um den realitätsnahen Lebensverlauf des Bitumens zu simulieren, wird das Bindemittel zuerst mit RTFOT und anschließend mit PAV gealtert. Bei der Langzeitalterung wird eine Strukturänderung des Bitumens durch Umwelteinflüsse, wie Sonneneinstrahlung, Wasser oder Luft, hervorgerufen. Diese Umgebung soll mit dem PAV – Verfahren simuliert werden.

Bei der PAV Alterung wird ein spezieller, elektrisch beheizbarer Kessel benutzt. Je nach klimatischen Bedingungen wird die Temperatur bei 90°C, 100°C oder 110°C gewählt. Die dünne Schicht des Bitumens befindet sich auf zehn Blechschalen (50g des Bitumens per Schale). Bei hoher Temperatur und hohem Druck findet die schnellere Oxidation statt. Nachdem der Kessel geschlossen wurde, werden die Bitumenproben mit einem Druck von 2,07 MPa behandelt. Die Heizsteuerung mit der entsprechenden Druckkontrolle spielt eine grundlegende Rolle bei diesem Verfahren. Die Alterungsdauer beträgt 20 Stunden. Während des ganzen Prozesses werden die Temperatur und der Druck in dem Kessel dokumentiert. Abbildung 2.9 stellt das Grundprinzip von dem PAV-Verfahren dar.

<u>Hauptwerte der Prüfung:</u>

- Temperatur: 90°C, 100°C oder 110°C
- Alterungsdauer: 20 Stunden
- Druck: 2,07 MPa
- Prüfergebnisse: keine direkte Ergebnisse

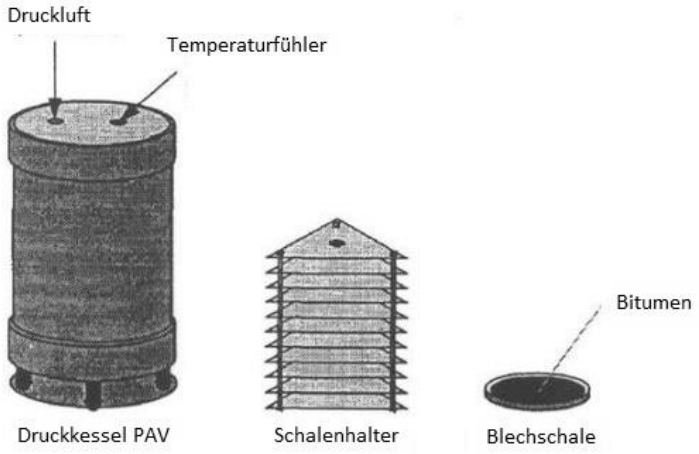


Abbildung 2.9: Hauptprinzip der PAV - Methode (Litzka, 1998)

Durch die PAV – Alterung erhält man noch keine Messergebnisse. Das gealterte Bitumen kann bei anderen Versuchen (wie RV, DSR, BBR (Bending Beam Rheometer)) verwendet werden und die Auskunft über die Alterungstemperatur, Alterungsdauer usw. gewonnen werden.

2.4.3.6 Kritik der vorhandenen Laboralterungsmethoden

Alle schon entwickelten Methoden besitzen sowohl Vor- als auch Nachteile. Bei vielen Methoden ist die Temperatur des Versuchs zu hoch festgelegt. Dadurch entsteht einerseits die Gefahr, dass die Bitumenstruktur zerstört wird und andererseits sind diese Werte nicht mit den natürlichen Temperaturbereichen vergleichbar. Bei manchen Methoden haben die gewählten Alterungsmedien ein zu kleines Oxidationspotential, die Zeit der Alterung ist zu lang oder der Druck bei dem Versuch entspricht kaum der Realität und ist zu hoch. Wenn Asphaltmischgut im losen Zustand gealtert wird, ist diese Alterung nicht realitätsnah.

Zusammenfassend gibt es einige Aspekte, um eine zuverlässige und realitätsnähe Alterungsmethode zu erhalten:

- Eine Temperatur, die der Realität entspricht (nicht mehr als 100°C)
- Der Druck, der im Feld zu finden ist
- Benutzung von verdichteten Probekörpern, um die Kurz- und Langzeitalterung gleich effektiv zu simulieren
- Optimierung der oxidativen Alterung beim Einhalten der niedrigeren thermischen Alterung
- Verkürzung der Versuchsdauer. (Steiner, 2014b)

Die in Wien entwickelte Laboralterungsmethode VAPro „Viennese Aging Procedure“ erfüllt die oben dargestellten Kriterien und verwendet folgende Forschungsansätze:

- Temperatur und Druck den realistischen Feldwerten entsprechen
- Angemessene Versuchsdauer, um in der Zukunft ein effektives Verfahren zu erhalten
- Alterung aufgrund von Oxidation mit hoher Konzentration von reaktionsfreudigen Gasen, die im Feld ebenfalls in niedrigeren Konzentrationen vorkommen. (Steiner, 2014b)

3 Massenspektrometrie und Restgasanalyse

Die Grundidee der Massenspektrometrie beruht auf den Hypothesen der Chemiker und Physiker des 19. Jahrhunderts, welche die Themen wie magnetische Felder und Atomgewicht beeinflusst haben. Mit der Entwicklung der Naturwissenschaften, hauptsächlich Chemie, wurde das erste Massenspektrometer in der Mitte des 20. Jahrhunderts gebaut. Ein modernes Massenspektrometer setzt sich aus Elementen zusammen, die das Wissen aus den Bereichen der Elektronik, Datenerfassung und Datenverarbeitung, Vakuumsystem und Magnetdesign verwenden. Seit den 1990er Jahren bis heute haben sich die Hauptbestandteile des Massenspektrometers nicht geändert. (Gross, 2013)

Die Massenspektrometrie erlaubt, Massenspektren zu erzeugen, welche die relativen Mengen von den Ionen in den einzelnen Atomen bzw. in den unterschiedlichen Molekülen beschreiben. Mit Hilfe vom Masse-zu-Ladungs-Verhältnis kann die Zusammensetzung von chemischen Substanzen ermittelt werden. (Gross, 2013)

Für die Bitumenalterung mittels VAPro hat die Massenspektrometrie eine große Bedeutung, weil mit der Hilfe der Restgasanalyse, die entsprechende Zusammensetzung des Gasmediums zur Probendurchströmung analysiert und bewertet werden kann. Das gewährleistet eine höhere Effektivität der VAPro-Alterung.

3.1 Grundlagen

3.1.1 Massenspektrometrie

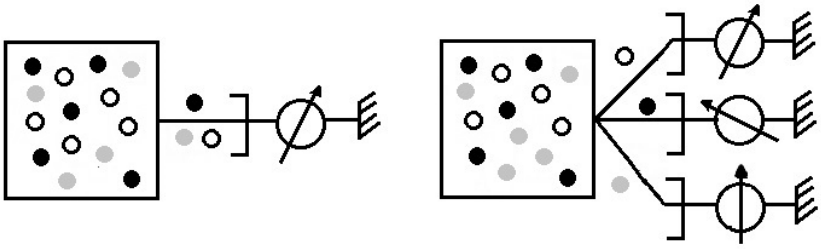
3.1.1.1 Einleitung

Massenspektrometrie (MS) beschreibt die Abfolge von Prozessen, die zur Erzeugung von Massenspektren führen, aus denen gelesen wird, welche Ionen in welchen relativen Mengen in den Substanzen entstehen. Diese Prozesse umfassen:

- Erzeugung der Ionen aus anorganischen oder organischen Substanzen;
- Trennung dieser Ionen nach ihrem Masse-zu-Ladungs-Verhältnis (m/z);
- Qualitative und quantitative Erfassung von den Ionen mit einem Registersystem bei Verwendung ihres spezifischen Masse-zu-Ladungs-Verhältnisses. (Gross, 2013)

Die Ermittlung der Zusammensetzung von chemischen Substanzen in einem Massenspektrometer wird mit Hilfe der Partialdruckmessung im Vakuum durchgeführt. Gemäß Informationen von Pfeiffer-Vacuum „The Vacuum Technology Book“ sind wichtige Punkte über die Total– und Partialdruckmessung beschrieben und in Abbildung 3.1 dargestellt:

- Der Totaldruck ist eine Summe von allen Partialdrücken des Gasgemisches.
- Um den Partialdruck der Komponenten aus dem Gasgemisch zu ermitteln, muss es nach der Trennung des Gemisches isoliert werden.
- Dieser Prozess wird als Masse-zu-Ladung-Verhältnis (m/z) bezeichnet. (Pfeiffer Vacuum GmbH, 2013)



Keine Trennung: Totaldruck

Zeitliche oder räumliche Trennung: Einzelne Partialdrücke

Abbildung 3.1: Total– und Partialdruckmessung (nach Pfeiffer Vacuum GmbH, 2013)

Einen wichtigen Aspekt in der Massenspektrometrie stellen die Ionen dar. Ionen sind positiv oder negativ geladene Atome, Atomgruppen oder Moleküle. Ionisierung bezeichnet den Prozess der Ionenbildung. Mit dem Massenspektrometer können sowohl positive Ionen (Kationen) als auch negative Ionen (Anionen) getestet werden, jedoch arbeitet heutzutage die Mehrheit der Geräte mit den positiven Ionen. Für die Bildung von Kationen ist eine Energie notwendig, die als Ionisierungspotential (Ionisierungsenergie) bezeichnet wird. (Budzikiewicz, 1992)

Das Ergebnis des Massenspektrometers ist ein Massenspektrum. Es ist die zweidimensionale Darstellung der Signalintensität gegen m/z Verhältnis. Die Spitzen des Diagramms geben Auskunft über den m/z Wert eines Ions. Die Intensität des Gipfels informiert über die Häufigkeit dieses Ions. (Gross, 2013)

Ein wichtiger Begriff in der Massenspektrometrie ist das Isotop. Isotope sind die Atomen mit der gleichen Zahl von Protonen im Atomkern (gleiche Ordnungszahl) aber mit einer anderen Anzahl an Neutronen im Atomkern (andere Massenzahl = andere Kerngröße). Eine Darstellung von einem Isotopenmuster von Chlor und Brom zeigt Abbildung 3.2. Beide Stoffe haben zwei stabile Isotope. Beispielsweise besteht natürliches Chlor zu 75,8% von ^{35}Cl und zu 24,2% aus ^{37}Cl (Abbildung 3.2). Diese typischen Verhältnisse berechnet man aus den Ergebnissen der Massenspektren. Die einzelnen Atome können viele Isotope haben aber ihr größter Teil ist instabil. Die Berechnung der Atommassen von einzelnen Atomen (z.B. Br-Brom) gemäß Massenspektren ist einfacher im Vergleich zu Molekülen (z.B. Cl_2-Chlor). Die vertikale Achse des Diagramms stellt die Häufigkeit (relative Intensität in [%]) dar und ist mit der Zahl der Ionen, die den Detektor erreicht haben, verbunden. Die waagrechte Achse zeigt

das Masse-zu-Ladung-Verhältnis. Je größer der Elektronenstrom ist, desto mehr Ionen mit einem bestimmten (m/z) Verhältnis sind beim Detektor angekommen. (Gross, 2013)

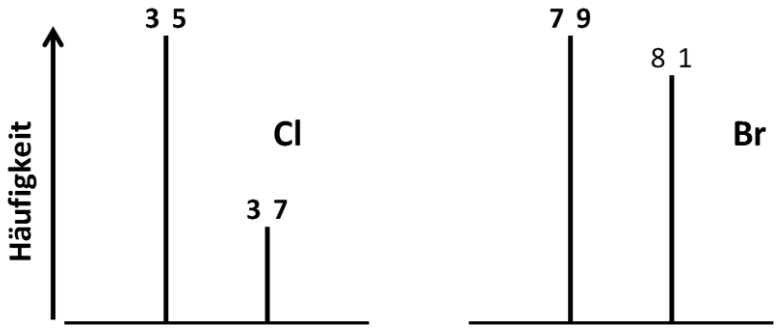


Abbildung 3.2: Isotopenmuster von Chlor und Brom (nach Gross, 2013)

Die Massenspektrometrie ist stark an die Restgasanalyse (RGA) gebunden. Der Restgasanalysator ist ein System, welches das Prinzip eines Massenspektrometers verwendet, um chemische Analysen von Gasen durchzuführen. Mit Hilfe von Massenspektrometern werden die Ionen von Atomen oder Molekülen nach dem Masse-zu-Ladungs-Verhältnis (m/z) getrennt. Die Masse wird oft mittels der Atommasseneinheit (AMU = atomic mass unit) dargestellt, wobei ihr Wert auf 1/12 der Atommasse von Kohlenstoff-Isotop ^{12}C festgelegt ist. (Gross, 2013)

3.1.1.2 Funktionsprinzip

Die Hauptphasen des Prozesses im Massenspektrometer umfassen:

- Phase 1: Einlass (Probeneinlass)
- Phase 2: Ionisation (Ionenquelle)
- Phase 3: Beschleunigung (zwischen Ionenquelle und Massenanalysator)
- Phase 4: Massenanalyse (in Massenanalysator)
- Phase 5: Detektion (in Detektor)
- Phase 6: Datenauswertung (Auswertungssystem, Softwareprogramme)

Ein generelles Schema eines Massenspektrometers zeigt Abbildung 3.3.

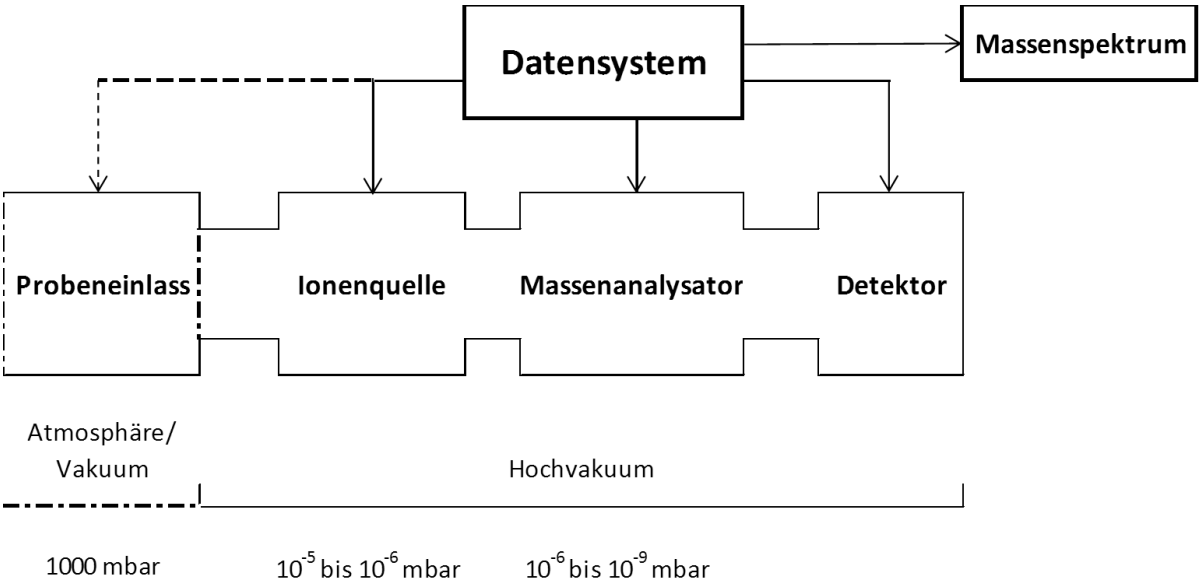


Abbildung 3.3: Generelles Schema eines Massenspektrometers (nach Gross, 2013)

Zuerst werden die analysierten Proben mit Hilfe einer Kapillare oder des Dosierventils in eine Vakuumkammer eingelassen. Das Vakuumsystem erlaubt, den Arbeitsdruck zu erreichen und gewährleistet eine freie Bewegung der Ionen durch die Maschine ohne Zusammenstöße mit den anderen Molekülen. Während der Ionisation werden ein oder mehrere Elektronen aus den Molekülen weggenommen, um Kationen zu bekommen. Die Mehrheit der Massenspektrometer arbeitet mit positiven Ionen mit +1 Ladung. Abbildung 3.4 gibt eine beispielhafte Darstellung der Ionisationskammer an und zeigt den Prozess der Ionenbildung. Die elektrisch erwärmte Stahlspirale produziert Elektronen, die zum Elektronenfänger angezogen werden. Die Atome bzw. die Moleküle der Probe treffen den Elektronenstrom und verlieren wegen der Energie aus den Zusammenstößen ihre Elektronen und bilden positive Ionen. Diese Kationen werden mit der leicht positiv geladenen Stahlplatte von der Ionenkammer weggeschickt. Die Ionen werden beschleunigt und formen einen homogenen Strahl, der Massenanalysator wird erreicht. In dem Massenfilter werden die Ionen nach dem Massen-zu-Ladung-Verhältnis getrennt. Der Detektor misst den Ionenstrom, nachdem die Ionen das Trennsystem verlassen haben. Das Datenauswertungssystem ermöglicht die Verarbeitung der im Detektor gemessenen Ionenströme. Jeder gemessene Strom ist ein Maß des Partialdruckes der einzelnen Gaskomponenten. Unterschiedliche Softwareprogramme erlauben die umfangreiche und detaillierte Interpretation der Massenspektren. (Pfeiffer Vacuum GmbH, 2013)

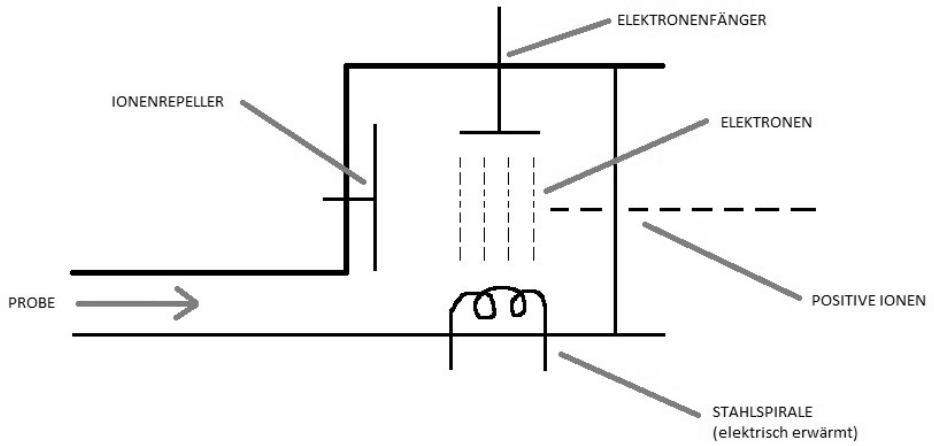


Abbildung 3.4: Die Ionisationskammer (gemäß www.chemguide.co.uk)

3.1.1.3 Anwendung (Pfeiffer Vacuum GmbH, 2013)

Massenspektrometrie wird weltweit in allen Lebensbereichen zu Analysen in der Forschung, Entwicklung und Produktherstellung eingesetzt. Die Hauptgruppen der Anwendung umfassen:

- Forschung und Entwicklung (z.B. Katalyse-Forschung)
- Überwachung der Produktionsprozesse (z.B. Metallurgie, Synthese)
- Umwelt- und Spurenanalyse (z.B. Dopingkontrolle, Isotopenanalyse)
- Produktanalyse (z.B. Pharmazie, Automobilindustrie)

Massenspektrometer variieren mit dem Typ des Analysators. Es gibt verschiedene Typen an Trennsystemen für unterschiedliche Analysen mit Verwendung von anderen Genauigkeiten und Technologien. Zu den häufig benutzten Massenspektrometern gehören:

- Sektorfeld - Massenspektrometer (verwendet Ablenkwirkung des Magnetfeldes auf die bewegten Ionen)
- Ionenfallen - Massenspektrometer (benutzt Hochfrequenzfeld, um Trajektorie der Ionen zu beeinflussen)
- Quadrupol - Massenspektrometer (verwendet Resonanz bewegter Ionen in dem Hochfrequenzfeld)
- Flugzeit - Massenspektrometer (benutzt Unterschiede der Geschwindigkeit von Teilchen bei gleicher Energie)

3.1.2 Verwendete Geräte

3.1.2.1 Pfeiffer Vacuum OmniStar Massenspektrometer und Quadera Software

Das Pfeiffer Vacuum OmniStar Massenspektrometer ist ein Analysegerät für Probegase unter Atmosphärendruck, das in den unterschiedlichsten, wirtschaftlichen Bereichen Anwendung

findet (z.B. Metallurgie, Katalyse, Umweltanalyse usw.). Das Analysesystem setzt sich aus folgenden Teilen zusammen:

- Einlasssystem
- Massenspektrometer PrismaPlus
- Trocken-verdichtete Membranvakuumpumpe (MVP)
- Turbopumpe HiPace

Der Gaseinlass besteht aus der bis zu 350°C beheizbaren Kapillare, die aus Edelstahl hergestellt wurde. Diese Kapillare beugt die Kondensation von Dämpfen während der Analyse vor und erlaubt eine Gaszuführung ohne Trennung. Die Einlassdrücke befinden sich im Bereich zwischen 1000 mbar und 10^{-3} mbar. Die Abbildung 3.5 stellt ein Pfeiffer Vacuum OmniStar Massenspektrometer dar. (Pfeiffer Vacuum GmbH, OMNISTAR™, THERMSTAR™: Die effiziente Lösung für die Gasanalyse. Intelligente Software. Vielfältige Anwendungen.)

Abbildung 3.5: Pfeiffer Vacuum OmniStar Massenspektrometer

Das Pfeiffer Vacuum OmniStar Massenspektrometer erlaubt eine quantitative Analyse von bis zu 128 unterschiedlichen Massen bei hoher Qualität mit der Hilfe von der Quadera Software. Dank der kurzen Ansprechzeit zwischen Software und Gerät kann eine schnelle Analyse stattfinden.

3.1.2.2 ANSEROS COM

Der Ozongenerator ANSEROS COM–AD–01 des Unternehmens ANSEROS reichert Sauerstoff mit Ozon an. Die leistungsfähige Ozonproduktion wird mit Hilfe von den doppelwandigen Plasmaentladungsmodulen aus Quarzglas mit Hochfrequenztechnik erreicht. Das erzeugte Ozon ist frei von Metallpartikeln und eignet sich für hochwertige Prozesse in den

unterschiedlichsten wirtschaftlichen Bereichen (z.B. in der Medizin). Für die Erzeugung von Ozon können u.a. trockene Luft, Raumluft oder Sauerstoff genutzt werden. Die Abbildung 3.6 zeigt die Aussicht von ANSEROS COM–AD–01. (ANSEROS Generator COM, Ozone Generator COM-AD-01 – Anseros Advanced Ozone Oxidation Technologies)

Abbildung 3.6: Vorderaussicht des Ozongenerators bei maximaler Leistung

3.1.2.3 Oxy3

Der Ozonerzeuger der Firma Ozongeräte Produktion GmbH verwendet eine Hochspannungs-Entladungsröhre, um Sauerstoff mit Ozon anzureichern. Die Abbildung 3.7 zeigt den Ozonerzeuger Oxy3. (Oxy3 Ozongeräte Produktion GmbH, Bedienungsanleitung Oxy3*)*

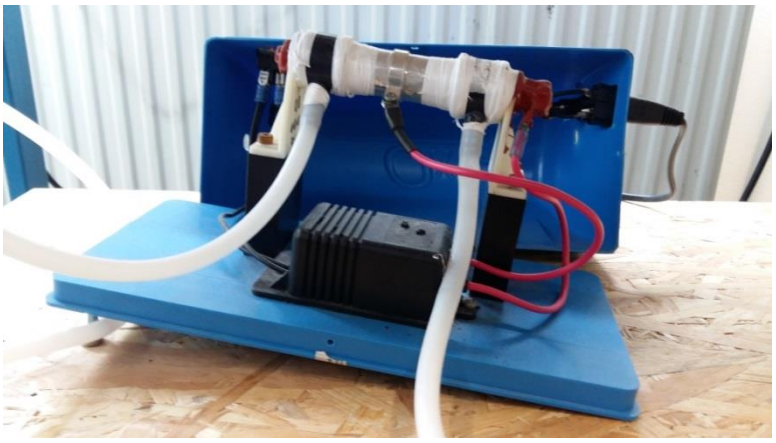


Abbildung 3.7: Aufbau des Ozongeräts Oxy3

3.1.3 Luftzusammensetzung

Die Druckluft wurde bei den Alterungsversuchen als Stützdruck und für die Durchströmung verwendet. Die natürliche Zusammensetzung der reinen Luft befindet sich in Tabelle 3.1.

Tabelle 3.1: Zusammensetzung der Luft auf der Höhe des Meeresspiegels (nach Hering, 2007)

Gas	Molekül	Volumen - %
HAUPTBESTANDTEILE		
Stickstoff	N_2	78,08
Sauerstoff	O_2	20,95
Argon	Ar	0,93
Kohlenstoffdioxid	CO_2	0,035
SPURENGASE		
Neon	Ne	0,00182
Helium	He	0,000524
Methan	CH_4	0,00017
Krypton	Kr	0,000114
Wasserstoff	H_2	0,00005
Distickstoffmonoxid	N_2O	0,000031
Xenon	Xe	0,000009

Neben Spuren von anderen Gasen wie CO, O_3, H_2, CH_4, N_2O, NO_x und NH_3 spielt Wasserdampf eine bedeutsame Rolle. Die Atmosphäre enthält, neben den gasförmigen Bestandteilen, Staub und Wassertropfen. Chemisch reine Luft wird in der natürlichen Umgebung wegen den Luftverunreinigungen nicht auftreten. Laut dem Bundesimmissionsschutzgesetz beschreibt die Luftverunreinigung eine „Veränderung der natürlichen Zusammensetzung der Luft, insbesondere durch Rauch, Ruß, Staub, Gase, Aerosole, Dämpfe oder Geruchsstoffe. (§ 3 IV BImSchG)“ (Bank, 2007)

3.1.4 Ozon (O_3)

3.1.4.1 Ozon Eigenschaften (Benedix, 2015)

Ozon (Griechisch: das Duftende) ist die 3-atomige Form des Sauerstoffs (allotrope Modifikation) und bei Raumtemperatur ein blassblaues Gas mit einem charakteristischen stechenden Geruch. Dank der starken Oxidationseigenschaften wird es oft im Bereich der Technik und Wissenschaft genutzt. Ozon ist ein instabiles Molekül mit einer hohen Reaktivität und bildet einen natürlichen Bestandteil der Luft, der aber in erhöhter Konzentration zu Gesundheitsschäden, Verschlechterung der Lungenfunktionswerte und Atemwege führen kann. In höheren Konzentrationen ist Ozon durch die große Aggressivität gegenüber organischen Verbindungen für Lebenswesen toxisch und giftig.

Ozon entsteht im Prozess der Einwirkung stiller elektrischer Entladungen auf Sauerstoff und umfasst zwei Schritte:

Zuerst findet die Aufspaltung der O_2 – Moleküle in atomaren Sauerstoff statt. Diese Reaktion ist stark endotherm (Energie muss zugeführt werden):

$$\frac{1}{2}O_2 \rightleftarrows O \quad \Delta H = +247 kJ/mol$$

Dann entsteht eine exotherme Reaktion (Energie wird abgegeben), bei welcher sich ein Sauerstoffatom mit einem Sauerstoffmolekül - O_2 bindet:

$$O + O_2 \rightleftarrows O_3 \quad \Delta H = -105 kJ/mol$$

Nach Summation beider Reaktionen ist zu erkennen, dass mehr Energie produziert als verbraucht wird. Wegen der stark endothermen Bindung ist Ozon instabil und zerfällt recht einfach.

$$1\frac{1}{2}O_2 \rightleftarrows O_3 \quad \Delta H = +142 kJ/mol$$

Ozon ist ein gewinkeltes Molekül mit einem Bindungswinkel von 116,7°. Die Darstellung der chemischen Struktur von O_3 wird in Abbildung 3.8 dargestellt.

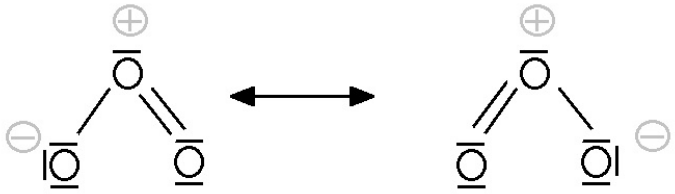


Abbildung 3.8: Chemische Struktur von Ozonmolekül (nach Benedix, 2015)

3.1.4.2 Ozon in der Atmosphäre (Benedix, 2015; Sandermann, 2001)

Der Begriff Ozon wird oft mit den Begriffen wie Summersmog oder Ozonloch assoziiert und fehlerhaft als Bedrohung des Lebens verstanden. Tatsächlich gefährdet Ozon in bestimmten Konzentrationen die Gesundheit der Menschen aber ohne Ozon würde kein Leben auf der Erde möglich sein. Die Höhenverteilung vom Ozon zeigt, dass sich ungefähr 90% in einer lebensnotwendigen Schutzschicht (Stratosphäre, 10-50 km Höhe) befindet. Die erdnahe Troposphäre enthält etwa 10% an Ozon. Zwischen 15 und 40 km über der Erdoberfläche existiert der Ozongürtel, der vor dem lebensgefährdenden, kurzwelligen und energiereichen Anteil der Sonnenstrahlung schützt. Ohne den Schutz des stratosphärischen Ozons würden pathologische Veränderungen der Zelle und ihr Zerfall stattfinden. Seit den vierziger Jahren des 20. Jahrhunderts unterliegt das Gleichgewicht der Atmosphäre anthropogenen Einflüssen. Die Substanzen wie FCKW (Fluorchlorkohlenwasserstoffe) bzw. Stickoxide können als Katalysatoren den O_3-Abbau bewirken und die Entstehung des so genannten Ozonlochs verursachen. Gemäß (Benedix, 2015) beschreibt Ozonloch „(…) einen räumlich und zeitlich begrenzten Abfall des stratosphärischen Ozongehalts in verhältnismäßig kurzer Zeit bis auf weniger als die Hälfte seines Ausgangswertes (…)“. In den letzten Jahrzehnten wurden die

beunruhigenden Prozesse in der Erdatmosphäre beobachtet, die schlussendlich zu einem weltweiten Verbot der FCKW-Verwendung geführt haben.

3.1.4.3 Ozon als Oxidationsmittel (Soja, 2006)

Das Ozon hat als gasförmiges Oxidationsmittel ein hohes Oxidationspotenzial und eine kurze Stabilität, die mit der hohen Reaktivität verbunden ist. Im Labor verwendet man Ozongeneratoren, die mit getrockneter Druckluft oder reinem Sauerstoff betrieben werden. Wenn viel Ozon benötigt wird, ist der Gebrauch von Luft anstatt Sauerstoff wirtschaftlicher. Die folgende Gleichung stellt eine direkte Oxidation dar:

$$O_3 + 2H^+ + 2e^- \rightarrow O_2 + H_2O$$

3.1.4.4 Ozonerzeugung (Kurzmann, 1993)

Die Gleichungen der Ozonerzeugung sind in Abschnitt 3.1.4.1 dargestellt. In technischen Anwendungen entsteht Ozon aus einer Kombination zwischen einem Sauerstoffmolekül und einem Sauerstoffatom. Dieser Prozess verbraucht Energie, die in unterschiedlichen Formen zugeführt werden kann (elektrisch, optisch, chemisch usw.). Ein Teil dieser Energie wird beim Verlauf des Prozesses wieder in Wärme umgewandelt und muss mittels Kühlung abgeführt werden. Die Kühlung kann durch die Verwendung von Kühlwassersystemen oder Kühlrippen stattfinden.

Alle modernen Ozongeneratoren basieren auf dem Ozonerzeuger aus dem Jahr 1857 von Werner von Siemens, der „Erzeugung von Ozon in der Ozonröhre durch die stille elektrische Entladung“ erfunden hat. Dieser Prozess dient bis heute als Grundlage der technischen Ozonerzeugung und erlaubt die Produktion von Ozon in einem großen Umfang für unterschiedliche technische Anwendungen. Beim ersten Ozongerät wurde die Hochspannung zwischen zwei Elektroden genutzt, um beim Durchleiten von Gasen, die Sauerstoff enthalten, Ozon zu produzieren.

3.1.4.5 Ozon als Luftschadstoff

Ozon ist ein starkes Oxidationsmittel, das wegen seiner Aggressivität gegenüber organischen Verbindungen in höheren Konzentrationen gefährlich und toxisch für Organismen ist. Ozon kann kleinere Organismen wie Pilze oder Bakterien zerstören. Es reizt die Atemwege und Schleimhäute von Menschen und kann aufgrund seiner Wasserlöslichkeit tief in den Körper eindringen. Erhöhte Ozon-Konzentrationen können Asthmaanfälle, eine Verschlechterung der Lungenfunktion und unterschiedliche Atemwegserkrankungen verursachen. Ozon ist ein natürlicher Bestandteil der Luft und hat seine Konzentration auf der Erde durch anthropogene Einflüsse deutlich erhöht. Die Abschätzung der ursprünglichen Mengen des Ozons ist problematisch wegen der langen Ozonproduktion, die aus unterschiedlichen Quellen stammt. Zu den größten Schäden verursacht durch Ozon zählt der Bereich von ungeschützten Lungenalveolen und die strukturellen, entzündlichen Veränderungen. Eine

größere Mortalität bei Menschen und eine mögliche krebserzeugende Wirkung von Ozon wurde bis heute mit Experimenten nicht völlig bestätigt. Erhöhte Ozonkonzentration ist stark verbunden mit einer Zunahme der Temperatur und deshalb ist die Wirkung von einzelnen Faktoren kompliziert zu bewerten. (Englert, 2000)

Für den Schutz der Menschen am Arbeitsplatz gibt es den MAK-Wert (Maximale Arbeitsplatz-Konzentration), der Informationen über die maximale, zulässige Konzentration von Gasen, Dämpfen und Schwebstoffen in der Arbeit angibt. Bei einer Arbeit mit acht Stunden in der Umgebung von schädlichen Stoffen in den zulässigen Mengen soll das Leben von Menschen nicht beeinträchtigt sein und keine akuten, chronischen, schädlichen Auswirkungen auf die Gesundheit von Mitarbeitern haben. Der MAK-Wert für Ozon liegt bei 0,2mg/m^3 (≈0,1ppm). Schon bei der Grenze der Ozonkonzentration von 0,04mg/m^3, die unter dem MAK-Wert liegt, ist der Stoff durch Geruch bemerkbar und erlaubt eine schnelle Beobachtung und Bestimmung der Ozonwerte ohne Gefährdung des Lebens und Gesundheit der Menschen. (Benedix, 2015)

3.2 RGA Versuchsprogramm

Mit Hilfe von Pfeiffer Vacuum Massenspektrometer wurden zahlreiche Versuche durchgeführt, um die Zusammensetzung des Gasgemisches, das aus der Druckluft mit der Hilfe des Ozongenerators entsteht, zu untersuchen. Ozongeneratoren reichern die Druckluft nicht nur mit Ozon, sondern auch mit Stickoxiden wie NO_2 an. Während der Versuche war es wichtig, den Zusammenhang zwischen Ozon und NO_2 in dem Gasgemisch festzustellen. Zusätzliche Prüfungen wurden durchgeführt, um Unterschiede zwischen dem alten Ozongenerator Oxy3, der für frühere Versuche der Langzeitalterung mit der VAPro - Methode verwendet wurde und dem neuen Ozongenerator ANSEROS COM, der für derzeitige Alterungsprozesse benutzt wird, zu untersuchen. Der Einfluss der Temperatur des Ölbades auf NO_2 und O_3 Werte als auch die Bedeutung der Zahl der Anwärmspiralen für das neue Ozongerät wurde zusätzlich geprüft.

Bei allen Versuchen, wo die Prüfungen mit dem Wärmeschrank und der Anwärmspirale durchgeführt wurden, wurde zuerst die Druckluft bei normaler Temperatur aus dem Laborsystem genommen und durch das Ozongerät geschickt. Der Ozongenerator reichert die Druckluft mit Ozon und Stickoxide an. Das Gasgemisch ist dann durch die Anwärmspirale geflossen, wo es bis auf +70°C (Oxy3 Versuche) und auf +70°C, +80°C +90°C bzw. +120°C (ANSEROS COM Versuche) erhitzt wurde. Die Anwärmspirale befindet sich in dem Becherglas mit dem Rapsöl, das auf dem Magnetrührer platziert ist, der sich in einem Wärmeschrank befindet. Die Temperatur des Wärmeschrankes ist für alle Prüfungen konstant geblieben und betrug +60°C. Bei keinem Versuch wurde die Triaxialzelle verwendet. Das Gasgemisch aus der Anwärmspirale ist sofort zum Pfeiffer Vacuum Massenspektrometer gelaufen und wurde dort untersucht. Bei Versuchen, wo die Wärmekammer und Anwärmspirale nicht verwendet

wurden, wurde das Gasgemisch sofort nach der Anreicherung in dem Ozongenerator zum Massenspektrometer geschickt.

Unter der Verwendung von Oxy3 wurden die Versuche mit und ohne Wärmeschrank und Anwärmspirale durchgeführt. Alle Versuche wurden unter denselben Bedingungen mindestens zweimal durchgeführt, um die Wiederholbarkeit der Prüfungen zu bestätigen. Zusätzlich wurde ein Experiment durchgeführt, wie der Oxy3 - Ozongenerator sich mit der zusätzlichen Außenkühlung verhalten wird.

Bei den Proben mit ANSEROS COM wurden die Versuche mit und ohne Wärmeschrank und Anwärmspirale durchgeführt. Der Einfluss der unterschiedlichen Temperaturen des Rapsöls, der Leistung des Geräts und der Verwendung von zwei Spiralen auf die Ozonproduktion wurden geprüft. Einige Versuche unter Wahrung der unveränderlichen Bedingungen wurden mehrmals durchgeführt, um die Wiederholbarkeit der Resultate zu bestätigen.

Die Messorte an VAPro (mit/ohne Wärmeschrank und Anwärmspirale) sind in Abbildung 3.9 dargestellt.

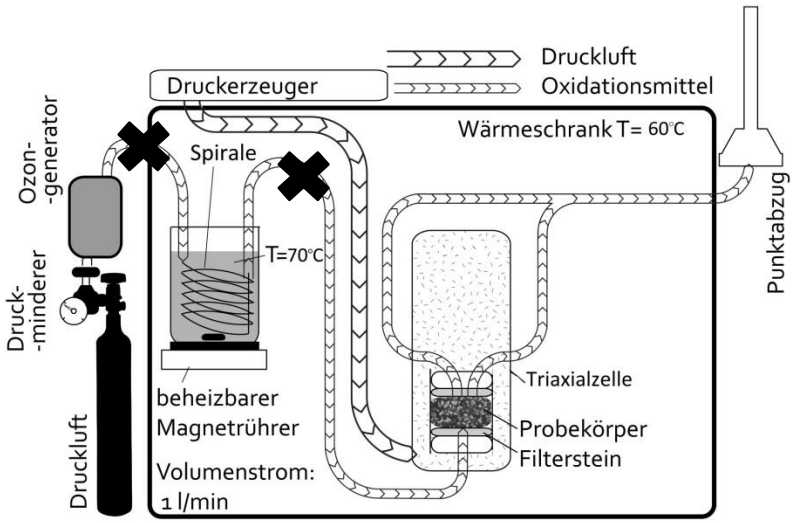


Abbildung 3.9: Die Messorte an VAPro (nach Steiner, 2014b)

Die gewählten Ergebnisse der Prüfungen sind im Abschnitt 3.3 „RGA Ergebnisse und Diskussion“ dargestellt und analysiert.

3.3 RGA Ergebnisse und Diskussion

3.3.1 Oxy3 - mit und ohne Anwärmspirale

Abbildung 3.10 stellt das Verhalten von Ionen, die von O_3 und NO_2 im Massenspektrometer entstanden sind dar, wenn der Ozongenerator Oxy3 verwendet wurde. Die grüne Linie zeigt die Ergebnisse bei Verwendung des Geräts mit der Anwärmspirale und dem Wärmeschrank und die rote Linie ohne Verwendung dieser. Die durchgezogene Linie stellt die Veränderung von O_3 und die strichlierte Linie von NO_2 dar. Beide Versuche wurden ohne eine zusätzliche

Kühlung durchgeführt. Erstens kann man bemerken, dass beide Prüfungen ähnlich verlaufen. Das gibt die Auskunft, dass die Anwesenheit der Anwärmspirale keinen Einfluss auf die Gaszusammensetzung hat. Die Zeit, wo die Menge der O_3^- Ionen relativ hoch ist, ist nur kurz. O_3 nimmt die ersten fünf Minuten zu, anschließend sinkt es stark ab. Nach 20 Minuten wird mehr NO_2 als Ozon produziert. Diese Versuche zeigen, dass Oxy3 als Ozongenerator nicht effektiv ist, weil die Menge des produzierten Ozons nach 20 Minuten der Anwendung kleiner im Vergleich mit NO_2 ist. Das heißt es werden hauptsächlich Stickoxide produziert und der Generator uneffektiv in Ozonproduktion ist.

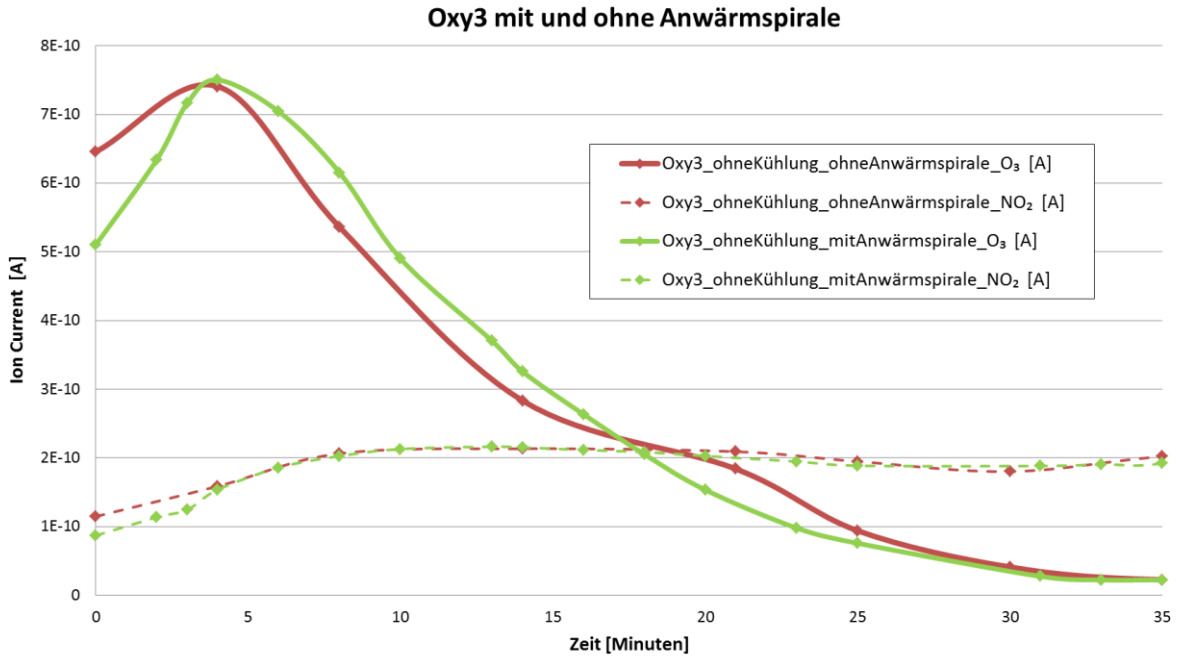


Abbildung 3.10: Oxy3 – Ozongenerator mit und ohne Anwärmspirale, Werte für O_3 und NO_2

3.3.2 Oxy3 - ohne Anwärmspirale, mit und ohne Luftkühlung

Die Lösung des Problems mit der effektiven Ozonproduktion mit Oxy3 kann mit Hilfe der Abbildung 3.11 erklärt werden. Das Gerät der Firma Ozongeräte Produktion GmbH reichert mittels einer Hochspannungs-Entladungsröhre Sauerstoff mit Ozon an. Wie in Abschnitt 3.1.4.1 beschrieben, wird für die Produktion von Ozon Energie zugeführt. Nur ein kleiner Teil dieser Energie wird für die Ozonanreicherung verwendet. Die restliche Energie wird in Wärme umgewandelt und muss abgeführt werden. Sonst können die Reaktionen schneller als zweckmäßig stattfinden und das instabile Ozon wird vor dem Erreichen des Asphaltprobekörpers, der sich während Alterungsprozesse in der Triaxialzelle befindet, abgebaut. Meistens besitzen die Ozongeneratoren spezielle Kühlsysteme, jedoch hat Oxy3 keine ausreichende Kühlung. Nach Einschalten des Generators ist eine strahlende Wärme fast sofort bemerkbar. Mit Hilfe von einer Druckluftpistole wurde das Ozongerät bzw. die Hochspannungsröhre künstlich für 20 Minuten andauernd gekühlt.

Die Verwendung der Druckluftpistole beeinflusst das Verhalten von O_3 und erlaubt, das ständige Niveau des Ozons zu erhalten (blaue Linie). Es ist zu bemerken, dass das Niveau von O_3 hoch geblieben ist, wenn der Ozongenerator künstlich mit der Druckpistole für 20 Minuten gekühlt wurde. Ohne Kühlung sinkt die Menge von O_3 heftig schon nach fünf Minuten. Die künstliche Kühlung mit der Druckluftpistole beeinflusst die Menge an Stickoxiden nicht.

Abbildung 3.11 zeigt auch die Wiederholbarkeit der Versuche, die bei gleichen Bedingungen (mit Oxy3, beide ohne Anwärmspirale) durchgeführt wurden. Der Verlauf der beiden Versuche ist ähnlich und vergleichbar. Die Menge von Stickoxiden bleibt konstant für die beiden Versuche. Ozon nimmt für die ersten fünf Minuten zu und dann sinkt schnell bis weniger O_3 als NO_2 nach 20-25 Minuten produziert wurde.

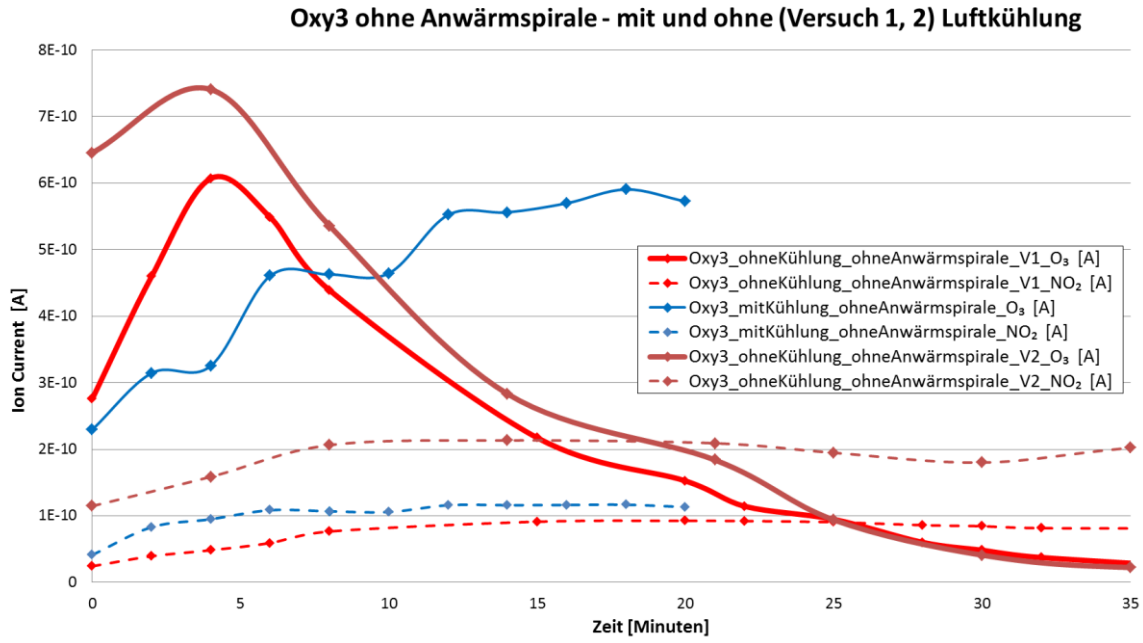


Abbildung 3.11: Oxy3 – Ozongenerator ohne Anwärmspirale, Werte für O_3 und NO_2, mit und ohne (für zwei Versuche) zusätzlicher Luftkühlung

3.3.3 ANSEROS COM - mit Anwärmspirale (70 und 90 Grad), mit Leistung 0%-30%, Einfluss der Anwärmspiralen

Die Abbildung 3.12 zeigt unterschiedliche Versuche mit der Anwendung von ANSEROS COM. Die Prüfungen unterscheiden sich voneinander mit der Temperatur des Rapsöls, in dem sich die Anwärmspirale befindet (70 und 90 Grad) und mit der Anzahl von Anwärmspiralen (keine Anwärmspirale, eine Anwärmspirale, zwei Anwärmspiralen). Die Abbildung 3.13 zeigt zwei Anwärmspiralen, die bei manchen Proben der RGA benutzt wurden. Die zweite Anwärmspirale (auch Kupfer/Nickel Lagerung) wurde fest mit der Erste verbunden, mit Teflonband gesichert und verstärkt und in der Mitte der ersten Anwärmspirale aufgestellt.

Die Ergebnisse des Versuchs ohne Anwärmspirale sind am niedrigsten. Zwei Anwärmspiralen haben keinen deutlichen Einfluss auf die Resultate und die erhaltenen Werte sind unwesentlich kleiner als bei der Verwendung von nur einer Anwärmspirale. Die Temperatur von 90 Grad, wenn nur eine Anwärmspirale benutzt wurde, beeinflusst unwesentlich stärker den Elektronenstrom als die Temperatur von 70 Grad. Mit zwei Anwärmspiralen sind die Resultate bei unterschiedlichen Temperaturen fast gleich.

Zwei Anwärmspiralen wurden verwendet, um zu prüfen, ob die größere Reaktivität als bei der Verwendung von einer Anwärmspirale erreicht werden kann. Bei zwei Anwärmspiralen wurde Ozon in den Anwärmspiralen abgebaut, bevor es Massenspektrometer erreicht hat. Ozon ist ein instabiles Gas und die zweite Anwärmspirale, die für die bessere Geschwindigkeit der chemischen Reaktionen verwendet wurde, beeinflusst die Menge des Ozons negativ, was die Abbilddung 3.12 darstellt. Die Versuche mit der Verwendung von zwei Anwärmspiralen haben die niedrigeren Resultate mitgebracht als wenn nur eine Anwärmspirale benutzt wurde.

Die durchgezogene, graue Linie zeigt den maximalen Wert des Elektronenstroms des Ozons ($7{,}5^{-10}$ [A]) für das alte Ozongerät Oxy3, der mit der Anwärmspirale erreicht werden kann. ANSEROS COM erreicht mit einer Anwärmspirale einen Elektronenstrom von 7,5E-10 [A] mit 10%-20% der Leistung. Bei Oxy3 bleibt die maximale Zahl nur für ein paar Minuten unverändert, wenn keine zusätzliche Luftkühlung des Ozongenerators auftritt. Anschließend ist die starke Abnahme von O_3 bei Oxy3 zu beobachten (Abbildungen 3.10 und 3.11).

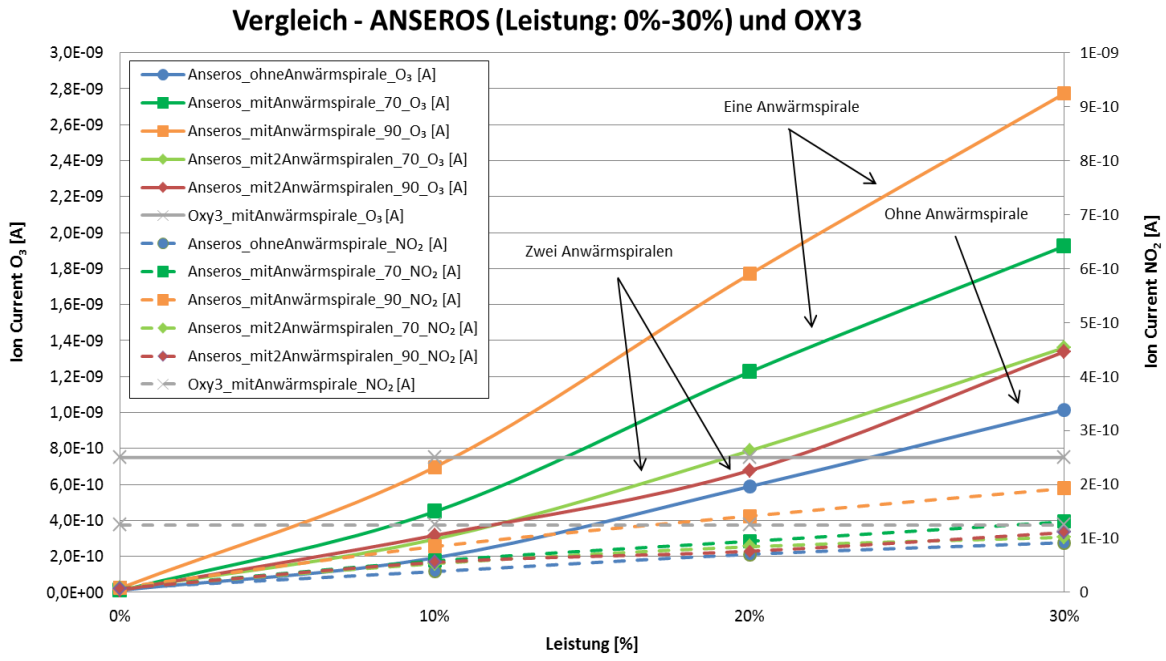


Abbildung 3.12: ANSEROS COM – Ozongenerator ohne und mit Anwärmspirale (Temperatur 70 bzw. 90 Grad) für drei andere Versuche für O_3 und NO_2 Werte (andere Zahl der Anwärmspiralen) und Vergleich mit Oxy3 mit Anwärmspirale

Abbildung 3.13: Experimentelle Verwendung von zwei Anwärmspiralen

3.3.4 ANSEROS COM - mit Anwärmspirale (70, 90 und 120 Grad) und ohne Anwärmspirale, Einfluss der Temperatur des Ölbades

Die Ozonproduktion und der Elektronenstrom von NO_2 sind mit der Temperatur des Ölbades verbunden. Die Abbildung 3.14 zeigt den Verlauf der Kurven von O_3 und NO_2 von neuem Ozongenerator ANSEROS COM mit dem Wärmeschrank und Anwärmspirale für drei unterschiedliche Temperaturen des Ölbades (70, 90 und 120 Grad) und ohne Anwärmspirale.

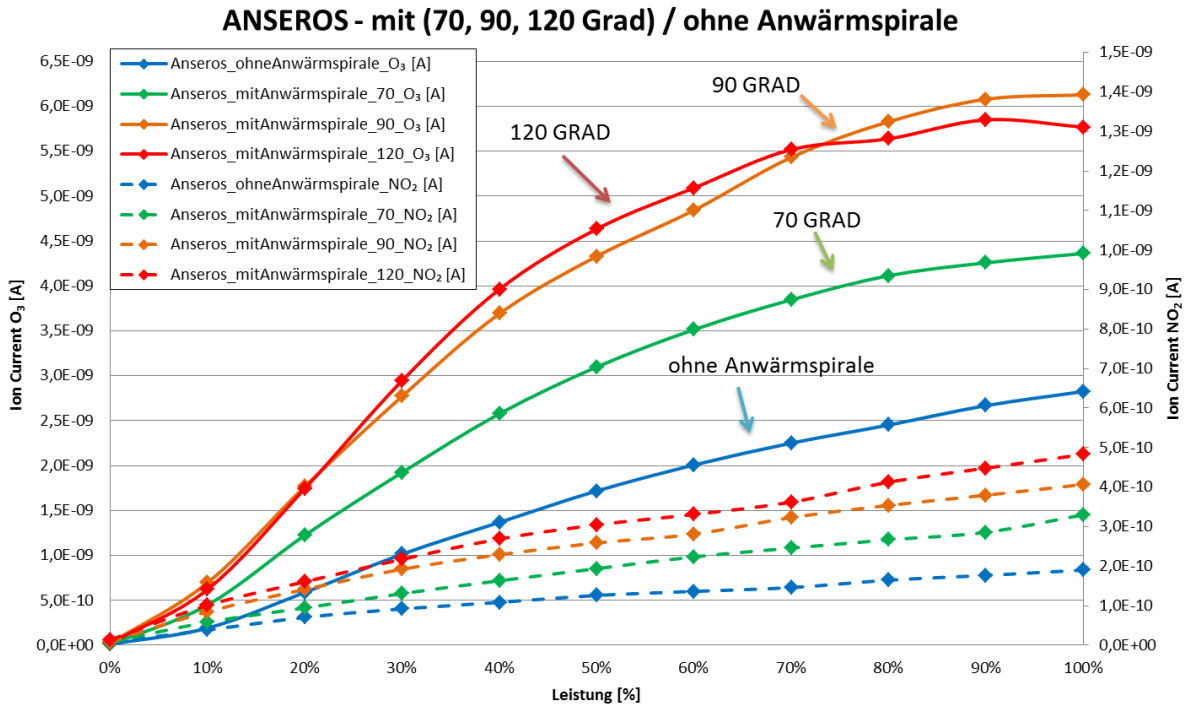


Abbildung 3.14: ANSEROS COM - Ozongenerator ohne und mit Anwärmspirale (Temperatur 70, 90 und 120 Grad) für O_3 und NO_2 Werte

Es ist zu beobachten, dass die Ozonproduktion und die Menge von Stickoxiden mit der Leistung des Gerätes steigen. Die Zunahme ist stärker bei den niedrigeren Leistungen (0%-30%) zu bemerken und später verläuft weniger heftig. Die Resultate bestätigen, dass nicht immer die höchste Leistung des Generators wirtschaftlich ist.

Die Temperatur des Ölbades beeinflusst die Produktion von Ozon und Stickoxiden. Die Werte der Versuche mit der Anwärmspirale sind höher als der Verlauf ohne sie. Bei der Temperatur von 70 Grad ist der Elektronenstrom kleiner als bei 90 und 120 Grad, jedoch zwischen die zwei höchsten Temperaturen sind die Unterschiede gering. Die Werte, die in der Abbildung 3.14 dargestellt wurden, bestätigen, dass die Temperatur von 70 oder 90 Grad, die Verwendung der einen Anwärmspirale und die geeignete Leistung des Generators eine wirtschaftliche Lösung der Ozonproduktion für die Alterungsversuche präsentiert.

3.3.5 ANSEROS COM - mit Anwärmspirale (70 Grad), drei unterschiedliche Versuche mit gleichen Bedingungen, Wiederholbarkeit der Versuche

Die Versuche unter Anwendung vom Ozongenerator ANSEROS COM, der für die Alterungsversuche mit ozonangereicherter Druckluft und mit ozonangereichertem Sauerstoff in dieser Diplomarbeit verwendet wurde, zeigen die deutlichen Unterschiede mit dem alten Ozongerät - Oxy3. Die Abbildung 3.15 stellt die Resultate der Prüfungen von ANSEROS COM mit der Anwärmspirale bei 70 Grad und dem Wärmeschrank mit einer Temperatur von 60 Grad dar. Die rechte Achse beschreibt die Werte vom Elektronenstrom für NO_2 und die linke für O_3.

Die Ergebnisse zeigen insbesondere, dass schon bei geringer Leistung mehr O_3 als NO_2 produziert wurde. Die Werte nehmen mit der steigenden Leistung des Ozongeräts zu. Die größte Zunahme ist zwischen 0% und 30% zu beobachten. Der Versuch mit denselben Bedingungen wurde dreimal durchgeführt, um die Wiederholbarkeit zu bestätigen. Die Werte bei Probe 1 sind unwesentlich kleiner als bei den zwei folgenden Versuchen, aber der Verlauf des Prozesses und das Verhalten von den Elektronen ist vergleichbar. Um die Ergebnisse genauer zu vergleichen, wurde die Normierung der O_3-Werte mit Verwendung von NO_2-Resultate durchgeführt.

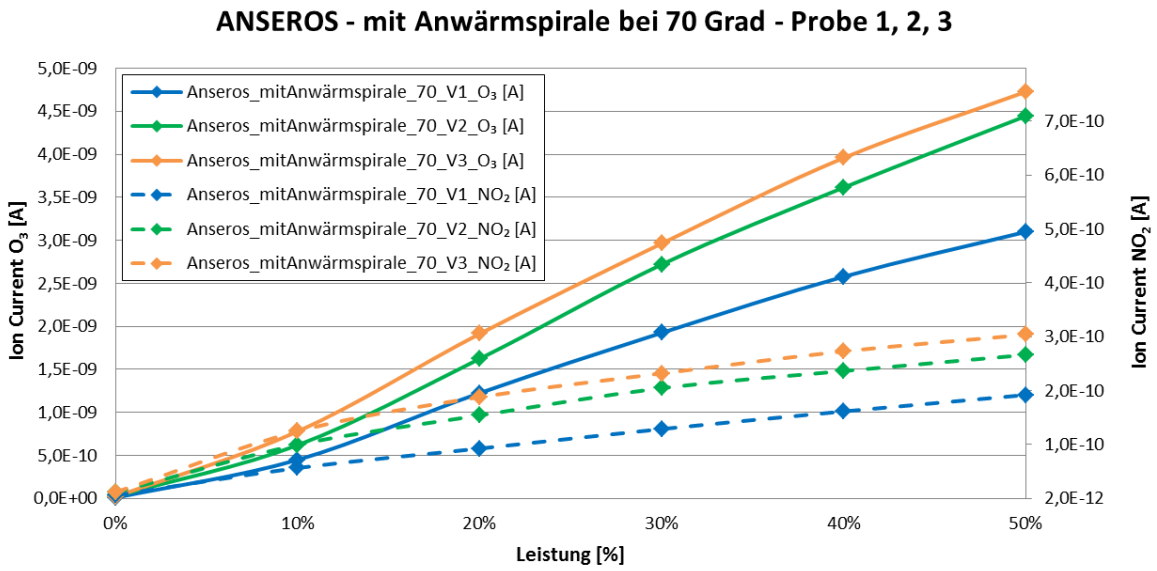


Abbildung 3.15: ANSEROS COM – Ozongenerator mit Anwärmspirale (Temperatur 70 Grad) und Wärmeschrank (Temperatur 60 Grad) für drei Versuche, Werte für O_3 und NO_2 bei der Leistung des Ozongeräts 0-50%

Die Abbildung 3.16 zeigt die Kurven, die entstehen, wenn die Ergebnisse aus der Abbildung 3.15 für Ozon auf die mittlere Zahl von NO_2 normiert werden (grüne durchgezogene Linie für Ozon bleibt ohne Änderung). Alle Werte von NO_2 bleiben unverändert und der größte und der kleinste Wert für O_3 wurden mit den Zahlen normiert, die die Abbildung 3.16 präsentiert. Es ist zu beobachten, dass sich die Werte von O_3 nach der Normierung fast gleich verhalten.

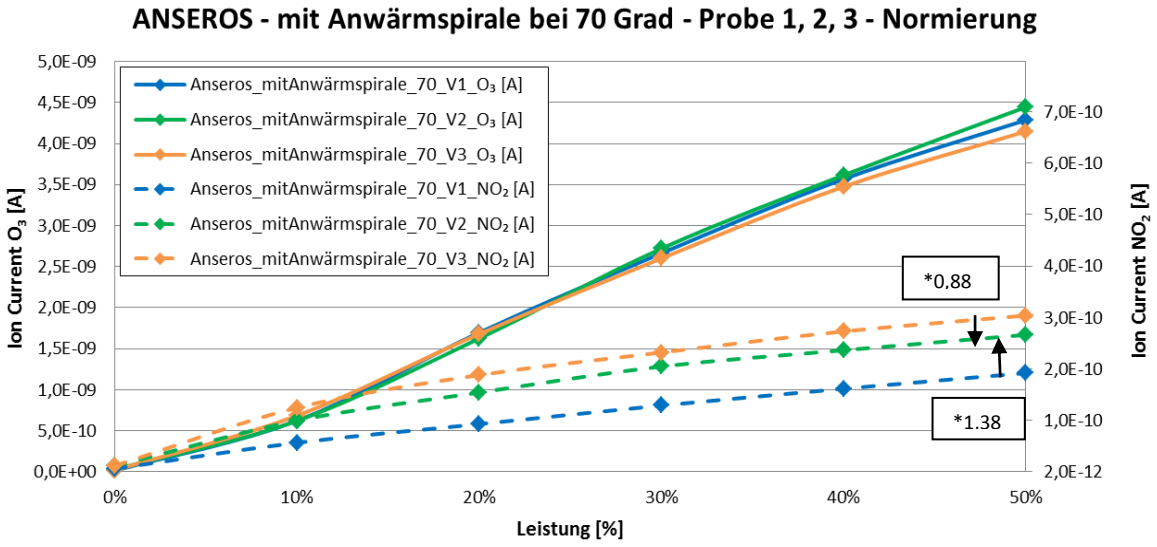


Abbildung 3.16: ANSEROS COM – Ozongenerator mit Anwärmspirale (Temperatur 70 Grad) und Wärmeschrank (Temperatur 60 Grad) für drei Versuche, Werte für O_3 und NO_2 bei der Leistung des Ozongeräts 0-50% - Ozon Kurven auf den mittleren Wert von NO_2 normiert

3.3.6 ANSEROS COM - mit Anwärmspirale (120 Grad), nach Abschaltung des Ozongenerators

ANSEROS COM zeigt nach Abschaltung des Geräts ein interessantes Verhalten. Das Niveau vom Ozon sinkt momentan und stark, NO_2 nimmt jedoch langsamer ab. Das O_3 erreicht nach weniger als fünf Minuten den Anfangszustand und bleibt später unveränderlich, was zeigt, dass Ozon ein instabiles Gas ist. Der Zerfall von Ozon zu Sauerstoff kann wegen des Kontakts mit den Flächen, der chemischen Substanzen und bei zu hoher Temperatur beschleunigt werden. Nach Abschaltung des Ozongenerators zerfällt das verbleibende Ozon sofort und es wird kein Ozon mehr produziert. Diese Versuche wurden bei unterschiedlichen Temperaturen der Anwärmspirale (70, 80, 90 und 120 Grad) durchgeführt. Bei jeder Temperatur ist der Verlauf vom Elektronenstrom nach Abschaltung von ANSEROS COM gleich. Abbildung 3.17 zeigt das Verhalten vom Ionenstrom nach der Abschaltung des Ozongenerators als Beispiel mit der Verwendung von Wärmeschrank und Anwärmspirale (bei 120 Grad).

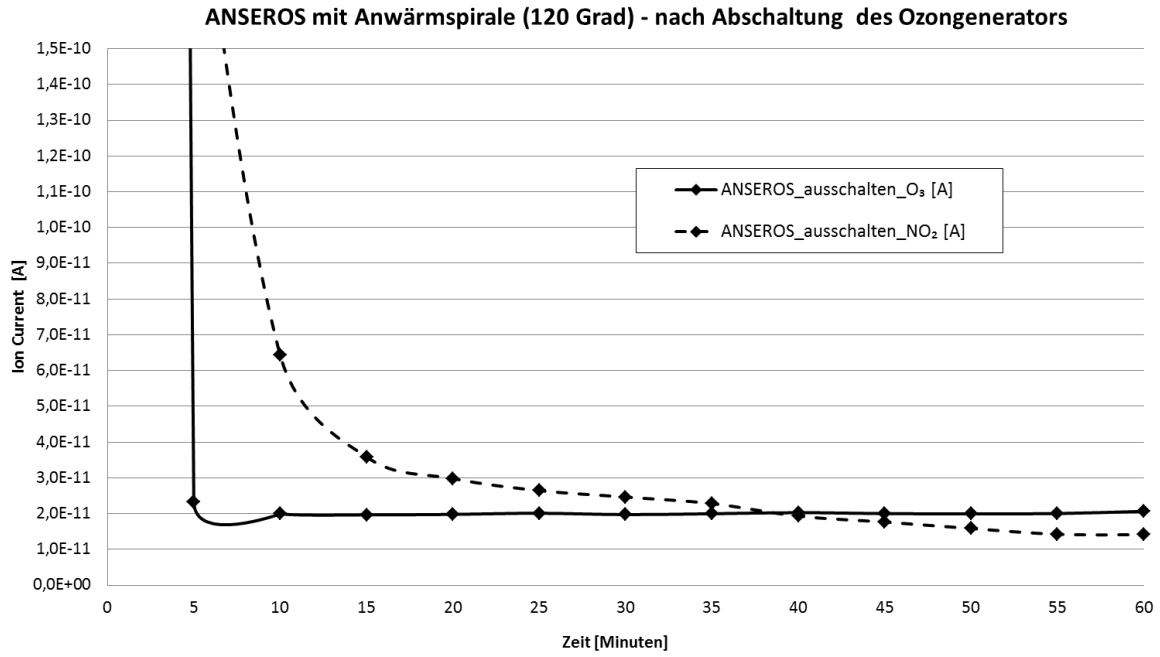


Abbildung 3.17: ANSEROS COM mit Anwärmspirale (Temperatur 120 Grad) nach der Abschaltung des Ozongenerators, O_3 und NO_2 Werte

3.4 RGA Zusammenfassung

Mit Hilfe vom Restgasanalysesystem (RGA) in Form eines Massenspektrometers ist es möglich, die Zusammensetzung der Ausgangsluft zu überwachen und die Ozonanreicherung des Gasgemisches zu kontrollieren. Diese Versuche geben Auskunft über den Zusammenhang zwischen O_3 und NO_2, der nach Anreicherung der Druckluft mit Hilfe der unterschiedlichen Ozongeneratoren entsteht. Die Wirksamkeit und Effektivität des

Ozongeräts werden überprüft und gemäß den Ergebnissen kann die ausreichende aber effektive Leistung des Ozongeräts gewählt werden.

Die Resultate der Prüfungen mit Pfeiffer Vacuum Massenspektrometer zeigen deutlich, dass der Oxy3 Ozongenerator gering Ozon produziert hat. Nach ein paar ersten Minuten des Versuches hat die Zahl der Ionen abgenommen und mehr NO_2 als O_3 wurde produziert. Es ergibt kein Unterschied, ob die Versuche mit Verwendung der Anwärmspirale und Wärmeschrank oder ohne durchgeführt wurden, weil die Zeit mit dem hohen Niveau des Ozons zu kurz war, um die effektive Wirkung der Anwärmspirale zu beobachten. Zusammenfassend kann man feststellen, dass das Oxy3 - Ozongerät wenig Ozon produziert hat und ohne effektive Kühlung keine geeignete Wirkung bei Alterungsversuchen mit ozonangereicherter Druckluft darstellt. Die maximalen Werte, die mit Oxy3 erreicht sein können, sind kleiner als die Ozonproduktion mit ANSEROS COM bei schon 10-20% der Leistung. Man kann zusammenfassen, dass während der Oxy3 - Verwendung ohne zusätzliche Kühlung mehr NO_2 als O_3 produziert wurde.

Versuche mit ANSEROS COM zeigen deutlich, dass die Produktion von Ozon am schnellsten zwischen 0% und 30 % der Leistung des Generators steigt. Die Zunahme der Werte zwischen 30% und 100% ist langsamer und nicht mehr so deutlich. Das bestätigt, dass die optimale Leistung für erfolgreiche Versuche nicht unbedingt 100% betragen muss. Für längere und größere Prozesse soll man auf die Wirtschaftlichkeit der Versuche achten. Die Verwendung von zwei Anwärmspiralen hat keine Verbesserung der Ozonproduktion gebracht und beeinflusste die Ergebnisse nicht, deshalb wurde bei den Versuchen der Alterung mit VAPro - Methode keine zusätzliche Anwärmspirale benutzt.

Der Einfluss der Temperatur von Rapsöl, in welchem sich die Anwärmspirale befindet, ist auch gering und die Erhöhung der Temperatur bis 120 Grad hat keine sichtbare Verbesserung der Ozonproduktion gebracht. Es ist anzumerken, dass die Verwendung des Wärmeschrankes und der Anwärmspirale immer höhere Ergebnisse beim Elektronenstrom (Ion Current [A]) erzielt haben. Das bedeutet, dass mehr Ionen den Detektor des Massenspektrometers erreicht haben. ANSEROS COM ist der Ozongenerator, der für die Alterungsversuche mit der ozonangereicherten Druckluft bei den entsprechenden Einstellungen für die hohe Wirtschaftlichkeit und die erwartende Effizienz erfolgreich verwendet werden kann.

Die Restgasanalyse und Massenspektrometrie geben die Möglichkeit der Untersuchung des Gasgemisches, das als Alterungsmedium in Simulationen der Bitumenalterungsprozesse verwendet wird. Die Vertiefung des Wissens über die genaue Zusammensetzung des Gasgemisches und der Ausgangsluft erlaubt die bewusste Entscheidung und Wahl der entsprechenden Parameter, um die Langzeitalterung zu optimieren und effektiver zu simulieren. Die erworbene Erfahrung ist der Schlüssel zur zukünftigen und erfolgreichen Entwicklung.

4 Einfluss Hohlraumgehalt und Temperatur auf Steifigkeit bei IT-CY und Wiederholungsprüfungen

Um die Effizienz bzw. die Eignung von VAPro zu prüfen und zu bestätigen, braucht die Alterungsmethode ein Prüfverfahren, das zuerst am Asphaltprobekörper und später am rückgewonnenen Bitumen durchgeführt werden kann. Mit Hilfe von DSR (Dynamic Shear Rheometer) kann das rückgewonnene Bitumen untersucht und seine Steifigkeit bzw. rheologische Eigenschaften geprüft werden. Diese Versuche werden im Kapitel 5 beschrieben. Die Asphaltprüfungen der unterschiedlichen Probekörper vor der Rückgewinnung des Bitumens bieten zwei Möglichkeiten, um die Veränderungen zu ermitteln und die Ergebnisse zu vergleichen:

- Vergleich der Steifigkeiten und Phasenwinkel verschiedener Probekörper (bei drei anderen Temperaturen und bei unterschiedlichen Hohlraumgehältern)
- Ermittlung der Veränderung der Steifigkeiten und der Phasenwinkel am selben Probekörper durch eine Prüfung vor der Alterung und eine Prüfung nach der Alterung

Die Versuche wurden mit der Verwendung von Spaltzug - Schwellversuch (IT-CY) durchgeführt. Bei der ersten Möglichkeit wurden die Einflüsse des Hohlraumgehaltes und der Temperatur auf die Steifigkeit der unterschiedlichen Probekörper untersucht. Bei jeder Temperatur wurde eine Probe für Vorversuche gewählt, um die entsprechenden Bedingungen für die Versuche zu ermitteln. Steifigkeit ist stark mit der Raumdichte der Probekörper verbunden, was mit den Ergebnissen der Versuche in dieser Arbeit bestätigt wurde. Die geeignete Raumdichte (und deswegen auch der Hohlraumgehalt) beweisen einen wesentlichen Einfluss auf die Steifigkeit der Asphaltaufbauten und die zukünftige Lebensdauer.

Um die Veränderung der Steifigkeiten und der Phasenwinkel gleicher Probekörper vor und nach der Alterung ermitteln zu können, muss jede Probe mindestens zweimal geprüft werden. Diese Prozedur beinhaltet die Gefahr, dass die mehrmalige Prüfung am selben Probekörper selbst eine deutliche Veränderung der Steifigkeiten verursachen kann. Das heißt, dass die Streuung der Ergebnisse durch die Alterungsmethode (VAPro) größer sein muss als die Veränderungen der Eigenschaften bei zweimaliger Prüfung von demselben Probekörper. Der Punkt, bei dem die Differenz der Steifigkeit vor und nach der Alterung die Abweichung aufgrund der zweimaligen Prüfung übersteigt, hängt stark von der Temperatur ab. Aus diesem Grund sollte die Temperatur separat für jede Versuchsreihe ermittelt werden. Der Hohlraumgehalt und die unterschiedlichen Prüffrequenzen beeinflussen die Ergebnisse der zweimaligen Wiederholungsprüfungen nicht deutlich.

4.1 Materialien

Für diesen Teil der Diplomarbeit wurden insgesamt 40 Probekörper von fünf Platten vorbereitet und davon wurden 36 Probekörper für die Versuche herangezogen. Alle Platten

haben dieselben Eigenschaften und Kenngrößen in Bezug auf das Asphaltmischgut. Der Bindemittelgehalt beträgt 5,2 M.-% und der Hohlraumgehalt der Probekörper variiert zwischen 4,0 und 9,1 Vol.-%.

Für die Herstellung der Probekörper wurden Gesteine mit der Bezeichnung „Loja“ verwendet. Diese Beschreibung zeigt die Herkunft der für das Asphaltmischgut benutzten Gesteinskomponenten, die im Hartsteinwerk Loja Betriebs GmbH in Persenbeug gewonnen wurden. Alle relevanten Kennwerte der gewählten Gesteine befinden sich in der EU - Konformitätserklärung und enthalten die wichtigsten Informationen über Gesteinseigenschaften wie Korngruppe, Korngrößenverteilung oder Widerstand gegen Zertrümmerung, gegen Polieren oder gegen Verschleiß. Das Asphaltmischgut wurde mit maximaler nominaler Gesteinskörnung von 11mm (AC 11) benutzt. Kalksteinmehl wurde als Fremdfüller benutzt. Es besteht aus gewaschenem, gemahlenem und feuergetrocknetem Kalkstein ($CaCO_3$).

Straßenbaubitumen 70/100 mit dem internen Laborcode B136A wurde verwendet, um die Probekörper herzustellen. Diese Sorte ist eine der am häufigsten benutzten Typen in Österreich. Tabelle 4.1 stellt die wichtigsten Eigenschaften des Bitumens dar.

Tabelle 4.1: Bitumenkenngrößen

Versuch	Einheit	Kennwert
Brechpunkt nach Fraaß	°C	-19
Ring und Kugel	°C	45,2
Penetration	1/10 mm	80

Die Sieblinien für die Asphaltprobekörper wurden nach den Bestimmungen von ONR 23580:2010 (Erstprüfung von Asphaltmischgut, Regeln zur Umsetzung der ÖNORM EN 13108-20:2009 – Empirischer Ansatz) für Asphaltmischgut AC 11 deck 70/100, A1, G1 bestimmt. Die wichtigsten Mischgutparameter für alle Platten sind in Tabelle 4.2 dargestellt. Sie enthält Informationen über Asphaltsorte, Bitumen, Füller und Gesteinsart. Die gewählten oberen und unteren Grenzen für IST-Sieblinie wurden gemäß ONR 23580:2010 bestimmt. Für jede Korngruppe gibt es minimale und maximale Werte, zwischen denen sich die IST-Sieblinie befinden muss. Diese werden in Tabelle 4.3 dargestellt. Die Abbildung 4.1 stellt die grafische IST-Sieblinie des vorhandenen Asphaltmischguts mit Grenzbereichen dar.

Tabelle 4.2: Mischgutkerngrößen

Platten	Z128, Z129,Z130	Z138, Z139
Asphaltsorte	AC 11 deck 70/100, A1, G1	AC 11 deck 70/100, A1, G1
Asphaltsorte Laborcode	AS768	AS780
Bitumen	70/100	70/100
Bitumen Laborcode	B136A	B136A
Bindemittelgehalt	5,2%	5,2%

Füller	Kalksteinmehl	Kalksteinmehl
Füller Laborcode	F037	F037
Gesteinsart	Loja 0/2, 2/4, 4/8, 8/11	Loja 0/2, 2/4, 4/8, 8/11
Gesteinsart Laborcode	G723, G672, G669, G726	G723, G672, G669, G726

Tabelle 4.3: Sieblinie des Asphaltmischguts mit Grenzwerten

Korngruppe	Ist-Sieblinie	unt. Grenze	ob. Grenze
0,063	7,12	5	11
0,125	11,32	6,7	14,6
0,25	16,33	10	22
0,5	22,06	13	29
1	28,76	19	38
2	37,96	30	50
4	55,55	43	67
8	76,72	65	88
11,2	95,28	90	100
16	100	100	100

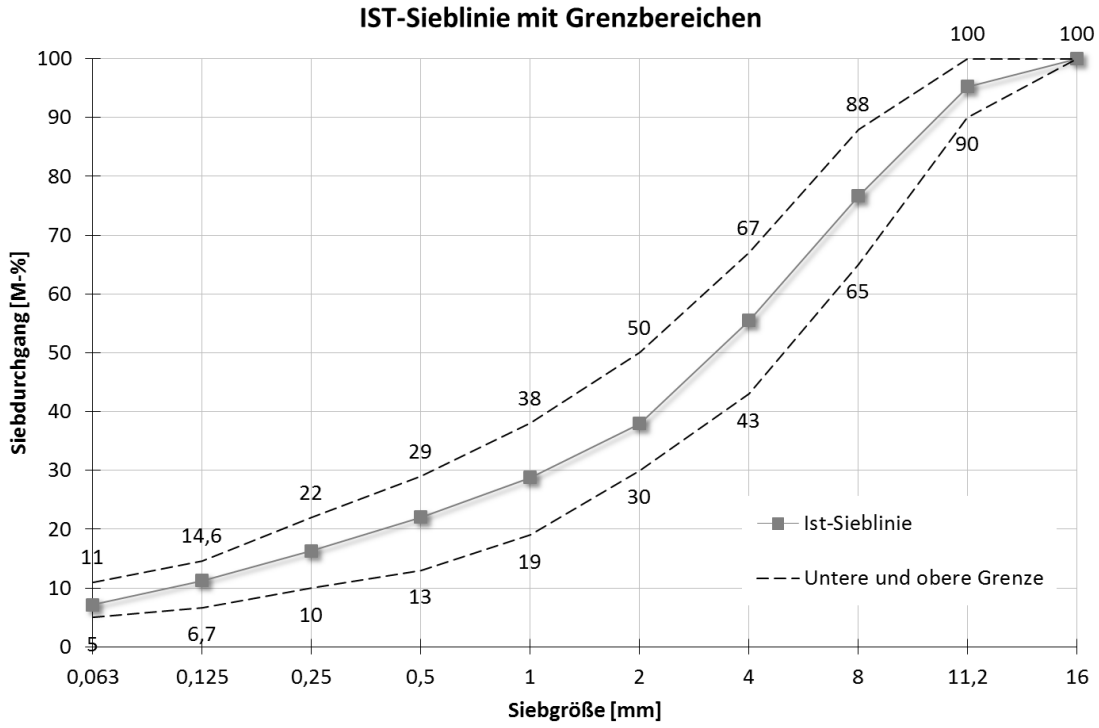


Abbildung 4.1: Darstellung der IST-Sieblinie mit Grenzbereichen

4.2 Herstellung der Probekörper

Die für diesen Teil der Diplomarbeit vorbereiteten Platten wurden im Gegenlaufzwangsmischer (gemäß CEN, EN 12697-35, 2016) gemischt und dann mit dem Walzsegmentverdichter gemäß entsprechenden Europäischen Normen (nach CEN, EN 12697-33, 2017) verdichtet. Aus 5 Platten (50x26x4cm) wurden anschließend 40 zylindrische Probekörper (DN=100mm; H=40mm) ausgebohrt. Die Abbildung 4.2 präsentiert die schematische Darstellung der Platte.

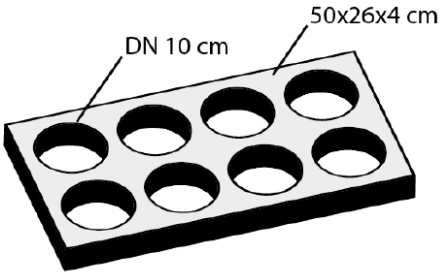


Abbildung 4.2: Darstellung der Platte (Steiner, 2014a)

4.2.1 Bestimmung der Rohdichte des Materials (CEN, EN 12967-5, 2010)

Rohdichte und Raumdichte sind nützlich, um den Hohlraumgehalt zu ermitteln, der eine große Bedeutung für diesen Teil der Arbeit darstellt. EN 12967-5 beschreibt die Rohdichte als „Masse des Asphalts ohne Luftporen, bezogen auf dessen Volumen bei einer bekannten Prüftemperatur“ und stellt drei unterschiedlichen Verfahren zur Verfügung, um die Rohdichte festzulegen:

- Verfahren A: Volumetrisches Verfahren
- Verfahren B: Auftriebsverfahren
- Verfahren C: Mathematisches Verfahren

Für die Ermittlung der Rohdichte der vorbereiteten Probekörper wurde das Verfahren A mit Hilfe des Pyknometers benutzt, wobei die Prüftemperatur 25°C betragen hat und luftfrei gekochtes Wasser als Prüfflüssigkeit verwendet wurde. Die Rohdichte des Mischguts wurde als 2,59 Mg/m^3 ermittelt.

4.2.2 Bestimmung der Raumdichte der Probekörper (CEN, EN 12967-6, 2007)

Die Raumdichte („Masse eines Probekörpers einschließlich Hohlräumen, bezogen auf dessen Volumen bei einer bekannten Prüftemperatur“) kann nach EN 12967-6 bestimmt werden. Diese Europäische Norm beschreibt vier Verfahren, um die Raumdichte zu ermitteln. Die gewählte Methode hängt von dem geschätzten Hohlraumgehalt und von der Erreichbarkeit der Hohlräume in den Probekörpern ab.

- Verfahren A: Raumdichte – trocken (für Probekörper mit einer sehr dichten Oberfläche)
- Verfahren B: Raumdichte – gesättigte Oberfläche trocken (für Probekörper mit einer dichten Oberfläche)
- Verfahren C: Raumdichte – umhüllter Probekörper (für Probekörper mit einer offenen oder rauen Oberfläche)
- Verfahren D: Raumdichte durch Ausmessen (für Probekörper mit einer regelmäßigen Oberfläche und geometrischen Formen, d. h. Quadrate, Rechtecke, Zylinder usw.).

In dieser Diplomarbeit werden alle Werte der Raumdichten und Hohlraumgehälter nach Verfahren B ermittelt. Die Hohlraumgehälter variieren hierbei zwischen 4,0 und 9,1 Vol.-%.

4.2.3 Bestimmung des Hohlraumgehaltes (CEN, EN 12967-8, 2003)

Nach EN 12697-8 beschreibt der Hohlraumgehalt als das „Volumen des Hohlraumes in einem Asphalt-Probekörper, das prozentual zum gesamten Volumen des Probekörpers angegeben wird“. In diesem Teil der Arbeit wird der Einfluss von Hohlraumgehältern der Asphaltprobekörper auf Steifigkeiten bei IT-CY geprüft. Die genaue Bestimmung der Werte hat eine große Bedeutung für die Schlussergebnisse. Hohlraumgehälter wurden nach der untenstehenden Formel mit Verwendung der Rohdichte (Verfahren A - EN 12967-5) und Raumdichte (Verfahren B - EN 12967-6) ermittelt.

$$V_m = \frac{\rho_m - \rho_b}{\rho_m} * 100\%$$

Dabei ist:

V_m – der Hohlraumgehalt des Mischguts, in 0,1 Prozent
ρ_m – die Rohdichte des Mischguts, in Kilogramm je Kubikmeter (kg/m^3)
ρ_b – die Raumdichte des Probekörpers, in Kilogramm je Kubikmeter (kg/m^3)

4.3 Prüfmethoden

4.3.1 Spaltzug – Schwellversuch (FGSV AL Sp-Asphalt 09, 2009)

Nach FGSV AL Sp-Asphalt 09 wurde der Spaltzug – Schwellversuch für die Bestimmung der Steifigkeiten bei verschiedenen Temperaturen gewählt. Die kurze Bezeichnung der Methode **IT-CY** kommt aus dem Englischen und bedeutet „**I**ndirect **T**ension test on **CY**lindrical specimens“, also die indirekte Zugprüfung an zylindrischen Probekörpern.

Bei diesem Versuch wird eine sinusförmige Druck-Schwellbelastung in einen zylindrischen Probekörper eingebracht. Zwei induktive Wegaufnehmer (LVDTs), mit der tatsächlichen Auflösung der einzelnen Wegaufnehmer von höchstens 0,1µm, messen die Horizontalverformungen. Beide Wegaufnehmer sind jeweils mittig an den Probekörpermantelflächen positioniert.

Die Belastung für die dargestellten Versuche ist kraftgesteuert und sie soll als eine harmonische Sinusfunktion eingebracht werden. Es ist wichtig, darauf zu achten, dass während des Versuchs keine Lastpausen auftreten. Die Belastung muss stetig verlaufen und differenzierbar sein.

4.3.2 Aufbau des Prüfgerätes

Für die Versuche wurde die servohydraulische Prüfmaschine des Unternehmens Wille Geotechnik mit Regler WDC 580 mit der geeigneten Software GEOSys 8.7.8.2 benutzt. Die Abbildung 4.3 präsentiert den Aufbau des Prüfeinsatzes, der sich in einem Klimaschrank befindet. Die Prüftemperaturen wurden mit +20°C, 0°C und -20°C gewählt, um zu prüfen, welchen Einfluss das Hohlraumgehalt und die unterschiedlichen Temperaturen auf die Steifigkeiten der Proben aufzeigen und wie sich die Parameter wie der dynamische Modul $|E^*|$ und der Phasenwinkel Φ ändern.

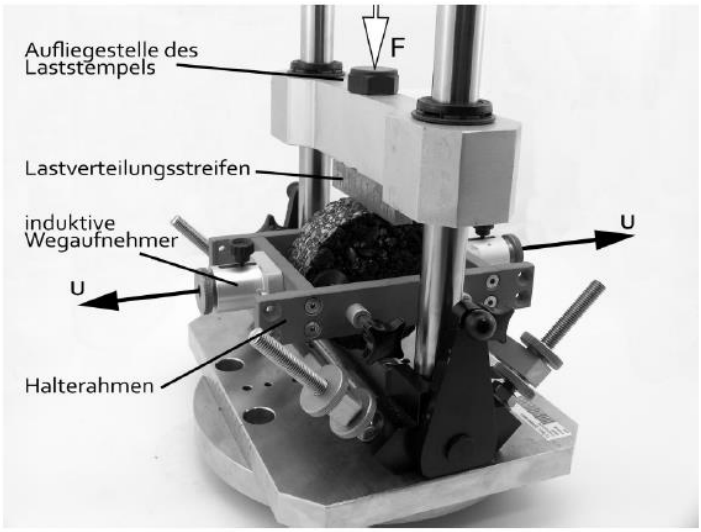
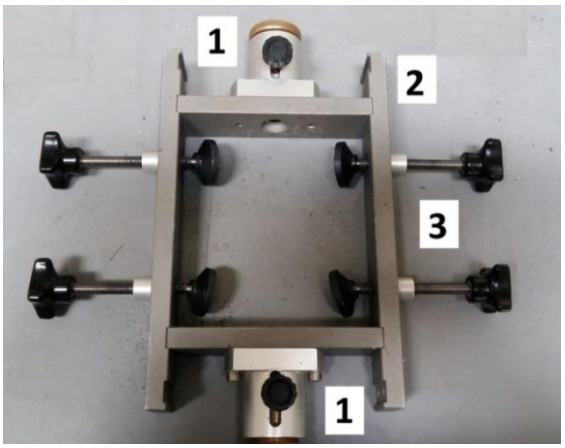


Abbildung 4.3: Aufbau der Prüfmaschine (Steiner, 2014b)

Der Probekörper wird in den speziellen Halterahmen eingesetzt (Abbildung 4.4) und er soll unbeweglich fixiert werden. Jede Bewegung der Probe während des Versuchs kann die Resultate stark beeinflussen oder einen Fehler der Maschine verursachen. Eine richtige Positionierung des Probekörpers spielt wegen der Anisotropie des Materials eine prinzipielle Rolle für die Glaubwürdigkeit der Ergebnisse. Die Asphaltplatten werden während der Verdichtung in verschiedenen Achsrichtungen unterschiedlich belastet und deshalb variieren die Steifigkeiten. Vor dem Bohren wird die Längsachse, die immer in Belastungsrichtung eingebaut wird, an den Platten markiert und als Orientierung für die Lage der Probe benutzt. (Abbildung 4.5)



1 – Wegaufnehmer
2 – Halterahmen
3 – Stellschrauben zur Befestigung des Probekörpers

Abbildung 4.4: Aufbau des Halterahmens zur Positionierung des Probekörpers und Messung der horizontalen Verformung

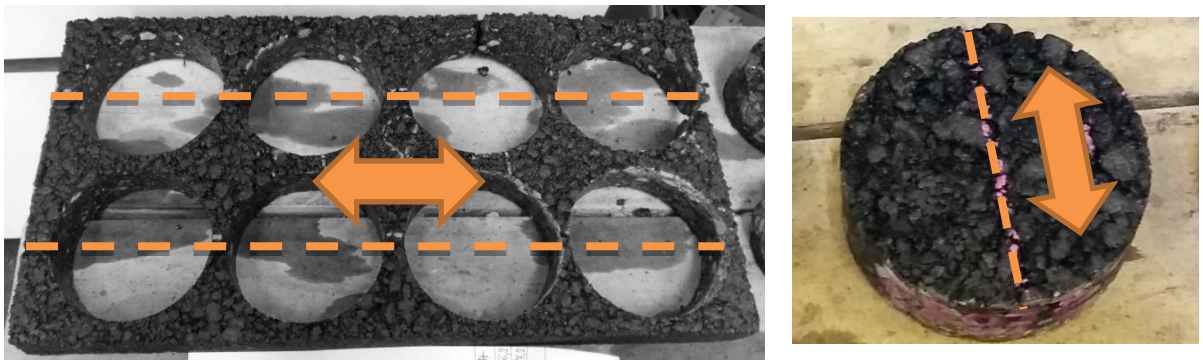


Abbildung 4.5: Richtige Einbaurichtung der Probekörper

Mit Hilfe des Computers und über einen servohydraulisch gesteuerten Laststempel und den weiterlaufenden Lastverteilungsstreifen wird die Probe mit einer sinusförmigen Druckschwellkraft belastet. Als Folge bildet sich im Probekörper ein zweiachsiger Spannungszustand aus.

4.3.3 Versuchsparameter

Vor den Steifigkeitsversuchen und Wiederholungsprüfungen müssen die Unter- und Oberspannungen der Sinusbelastungen ermittelt werden. Der Wert der Unterspannung wurde als 35 kPa für alle Temperaturen wegen der nützlichen Kraft, um die Lage des Probekörpers zu sichern, gewählt. Für jede Temperatur (+20°C, 0°C und -20°C) wurden Vorversuche durchgeführt, um erforderliche Oberspannungen so zu wählen, dass die resultierenden elastischen Dehnungen sich zwischen 0,05 und 0,10 ‰ befinden. Um eine mehrmalige horizontale Prüfung derselben Probekörper zu ermöglichen, sollen die

verbleibenden Verformungen so klein wie möglich sein und die elastischen Dehnungen beim unteren Grenzwert (0,05‰) liegen. (FGSV AL Sp-Asphalt 09, 2009)

Aus jeder Temperaturgruppe (genaue Beschreibung in 4.4 - Prüfprogramm) wurde eine Probe für Vorversuche gewählt, sodass für jede Temperatur die entsprechenden Oberspannungen in Abhängigkeit von der Temperatur und Frequenz gewählt werden konnten. Die Tabellen 4.4, 4.5 und 4.6 zeigen die gewählten Oberspannungen und die Lastwechselanzahl abhängig von den Frequenzen für die drei untersuchten Temperaturen.

Tabelle 4.4: Prüfbedingungen IT-CY für +20°C

Temperatur [°]	+20				
Frequenz [Hz]	**0,1**	**1**	**5**	**10**	**20**
Unterspannung [kPa]	35				
Oberspannung [kPa]	125	175	235	285	325
Lastwechselanzahl	10	20	50	60	60

Tabelle 4.5: Prüfbedingungen IT-CY für 0°C

Temperatur [°]	0				
Frequenz [Hz]	**0,1**	**1**	**5**	**10**	**20**
Unterspannung [kPa]	35				
Oberspannung [kPa]	400	600	770	830	900
Lastwechselanzahl	10	20	50	60	60

Tabelle 4.6: Prüfbedingungen IT-CY für -20°C

Temperatur [°]	-20				
Frequenz [Hz]	**0,1**	**1**	**5**	**10**	**20**
Unterspannung [kPa]	35				
Oberspannung [kPa]	1200	1200	1250	1300	1350
Lastwechselanzahl	10	20	10	20	50

Ein wichtiger Punkt vor den Versuchen ist das Temperieren der Probekörper auf die festgelegte Prüftemperatur. Die Zeit des Temperierens muss mindestens 4 Stunden betragen. Der Prozess kann in der Temperierkammer der Prüfmaschine oder in einem separaten Temperierschrank erfolgen. Besonders bei niedrigen Temperaturen ist das genaue Temperieren der Probe und des Klimaschrankes von großer Bedeutung. Eine kleine Änderung der Temperatur kann einen großen Einfluss auf die Schlussergebnisse haben. (FGSV AL Sp-Asphalt 09, 2009)

Im Anhang befinden sich drei Abbildungen (Abbildung A, Abbildung B, Abbildung C), die aus der Computersoftware stammen. Sie zeigen die Sinusschwellbelastung und die Wege der Wegaufnehmer in Abhängigkeit von der Temperatur und Frequenz während des Versuchs. Die blaue Linie beschreibt den Wert der Belastung in [kPa] und mit roter und grüner Farbe sind die Wege von beiden Wegaufnehmern in [mm] präsentiert. Bei jeder Temperatur sind

die Werte der Oberspannungen abhängig von den Frequenzen mit der entsprechenden Lastwechselanzahl zu beobachten. Die Unterspannung bleibt für alle Temperaturen und Frequenzen gleich und beträgt 35kPa.

4.3.4 Auswertung der Resultate (FGSV AL Sp-Asphalt 09, 2009)

Bei der Auswertung der Steifigkeiten erhält man den dynamischen Modul $|E^*|$ [N/mm^2] und den Phasenverschiebungswinkel Φ [°]. Der Phasenwinkel beschreibt das viskose bzw. elastische Materialverhalten, wobei ein Winkel von 90° eine rein viskose Materialantwort bezeichnet bzw. 0° ein rein elastisches Verhalten bedeuten würde. Während der Versuche werden die Prüfkraft und die horizontalen Verformungen gemessen und für weitere Berechnungen benutzt.

4.3.4.1 Berechnung der Spaltzugspannung

Die maximale Zugspannung in der Mitte des Probekörpers wird mit Hilfe der Probekörperabmessungen und der gemessenen Kraft berechnet:

$$\sigma = \frac{2 * F}{\pi * d * h} \quad [N/mm^2]$$

σ – Horizontalspannung im Probekörpermittelpunkt [N/mm^2]
F – Kraft [N]
d – Probekörperdurchmesser [mm]
h – Probekörperhöhe [mm]

4.3.4.2 Berechnung des Steifigkeitsmoduls

Um das Steifigkeitsmodul zu berechnen, wurde die Methode der kleinsten Fehlerquadrate verwendet, die die Messwerte der Kraft bzw. der Horizontalverformung an eine Sinusfunktion annähert. Für die Berechnung des Steifigkeitsmoduls müssen die Regressionsparameter der aufgebrachten Kraft *F* und der gemessenen horizontalen Verformung *u* bestimmt werden.

Regressionsparameter für die aufgebrachte Kraft F:

$$F(t) = A + B * 2\sin(2\pi * f * t + C) \quad [N]$$

$$\Delta F = 2 * B \quad [N]$$

F(t) – Kraft-Messwert [N]
ΔF – Differenz zwischen maximaler und minimaler Kraft [N]
t – Zeitindex [s]
f – Belastungsfrequenz [Hz]
A – Absolutes Glied (Verschiebung zu x-Achse) [N]
B – Amplitude [N]
C – Phasenverschiebung [rad]

Regressionsparameter für die gemessene horizontale Verformung u:

$$u(t) = a + b * 2\sin(2\pi * f * t + c) \quad [N]$$

$$\Delta u = 2 * b \quad [N]$$

u(t) – Weg-Messwert (gesamte Horizontalverformung der Probe) [mm]
Δu – Differenz zwischen maximaler und minimaler Horizontalverformung der Probe pro Lastwechsel [mm]
t – Zeitindex [s]
f – Belastungsfrequenz [Hz]
a – Absolutes Glied (Verschiebung zu x-Achse) [N]
b – Amplitude [N]
c – Phasenverschiebung [rad]

Der Steifigkeitsmodul:

$$|E| = \frac{\Delta F * (0{,}274 + \mu)}{h * \Delta u} \quad [N/mm^2]$$

|E| – Steifigkeitsmodul [N/mm^2]
ΔF – Differenz zwischen maximaler und minimaler Kraft [N]
μ – Querdehnzahl [-]
h – Probekörperhöhe [mm]
Δu – Differenz zwischen maximaler und minimaler Horizontalverformung der Probe pro Lastwechsel [mm]

Querdehnzahl (temperaturabhängig):

$$\mu = 0{,}15 + \frac{0{,}35}{1 + e^{[3{,}1849 - 0{,}04233 * \left(\frac{9}{5} * T + 32\right)]}} \quad [-]$$

μ – Querdehnzahl [-]
T – Temperatur [°C]

4.3.4.3 Berechnung des Phasenwinkels

Mit dem Spaltzug-Schwellversuch ist es möglich, nicht nur den Steifigkeitsmodul, sondern auch den Phasenwinkel zu berechnen. Die Bestimmung des Phasenwinkels wird anhand der berechneten Phasenverschiebungen aus der Sinusregression von axial gemessener Probekörperverformung und von axial gemessener Kraft durchgeführt.

$$\varphi = (c - C) * \frac{180}{\pi}$$

Φ – Phasenwinkel [rad]
C – Phasenverschiebung der axial gemessenen Kraft [-]
c – Phasenverschiebung der axial gemessenen Probekörperverformung [-]

4.3.4.4 Berechnung der horizontalen Dehnung

Die maßgebende elastische horizontale Dehnung kann in der Mitte des Probekörpers berechnet werden.

$$\varepsilon_{el} = \frac{\sigma * (1 + 3 * \mu)}{|E|} \quad [‰]$$

ε_{el} – elastische horizontale Dehnung [‰]
σ – Horizontalspannung im Probekörpermittelpunkt mit F = ΔF [N/mm^2]
μ – Querdehnzahl [-]
$|E|$ – Steifigkeitsmodul [N/mm^2]

4.4 Prüfprogramm

Aus den fünf vorbereiteten Platten (40 Probekörper) wurden 36 Proben gewählt und in drei Gruppen geteilt – zwölf Probekörper pro Gruppe. Jede Gruppe wurde mit einer anderen Temperatur des Klimaschranks verbunden. Die erste Gruppe umfasste zwölf Probekörper für die Versuche bei einer Temperatur von +20°C, die zweite Gruppe zwölf Probekörper für 0°C und die dritte Gruppe zwölf Probekörper für -20°C. Vier Probekörper wurden nicht gewählt, weil die ermittelten Hohlraumgehälter zu große Unterschiede zwischen Verfahren B und D aufgewiesen haben. Aus jeder Gruppe wurde eine Probe gewählt, um Oberspannungen der Sinusbelastungen zu ermitteln, wie im Punkt 4.3.3 beschrieben wurde. Die restlichen 33 Probekörper wurden gleichmäßig in drei Gruppen geteilt, sodass jede Gruppe die Probekörper mit maximal großer Streuung von Hohlraumgehältern enthielt. Die Zugehörigkeit zu den einzelnen Gruppen zeigt Abbildung 4.6.

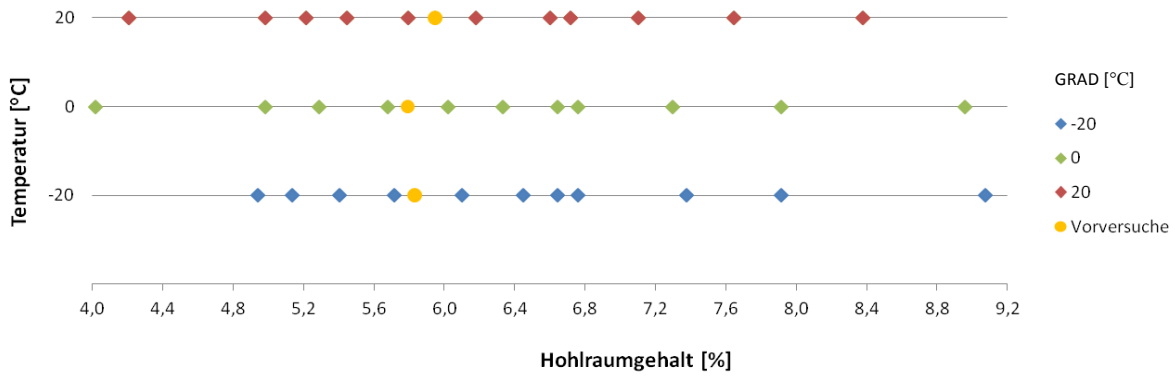


Abbildung 4.6: Zugehörigkeit zu Gruppen (-20°C, 0°C, +20°C)

Die Alterungsmethode VAPro braucht ein geeignetes Prüfverfahren, um sowohl die Steifigkeiten von verschiedenen Probekörpern zu vergleichen, als auch die Änderung der Steifigkeit des einzelnen Probekörpers vor und nach der Alterung zu bestimmen. Es ist wichtig anzumerken, dass die Raumdichte und der davon berechnete Hohlraumgehalt einen großen Einfluss auf die Steifigkeit haben und es deshalb problematisch ist, verschiedene Probekörper erfolgreich zu vergleichen. Die Schlussergebnisse und die Schlussfolgerungen

können auch ungenau sein, wenn die mehrmaligen Prüfungen der Steifigkeit von demselben Probekörper größere Änderungen als Alterungsversuche zeigen. Deshalb werden alle Probekörper von allen drei Gruppen zweimal geprüft, um festzustellen, wie bei anderen Temperaturen die Streuung der Ergebnisse bei zweimaliger Prüfung aussieht.

4.5 Ergebnisse und Diskussion

4.5.1 Einfluss Hohlraumgehalt und Temperatur auf Steifigkeiten bei IT-CY

Die Raumdichte und der Hohlraumgehalt haben einen großen Einfluss auf die Steifigkeit von Asphaltprobekörpern. Mit der steigenden Anzahl der Poren in der Probe, nimmt das Asphaltvolumen und der Probenquerschnitt, um die Lasten erfolgreich abzutragen, ab. Die gewählten Probekörper variieren untereinander bezüglich ihrer Hohlraumgehältern (Streuung von 4,0 Vol.-% bis 9,1 Vol.-% gemäß Verfahren B), um einen genaueren Zusammenhang zwischen Raumdichte und Steifigkeit zu prüfen. Die Temperatur beeinflusst stark die Steifigkeit. Die Abbildungen 4.7, 4.8 und 4.9 stellen die Werte des $|E^*|$ Moduls in Abhängigkeit vom Hohlraumgehalt für alle drei Temperaturen dar.

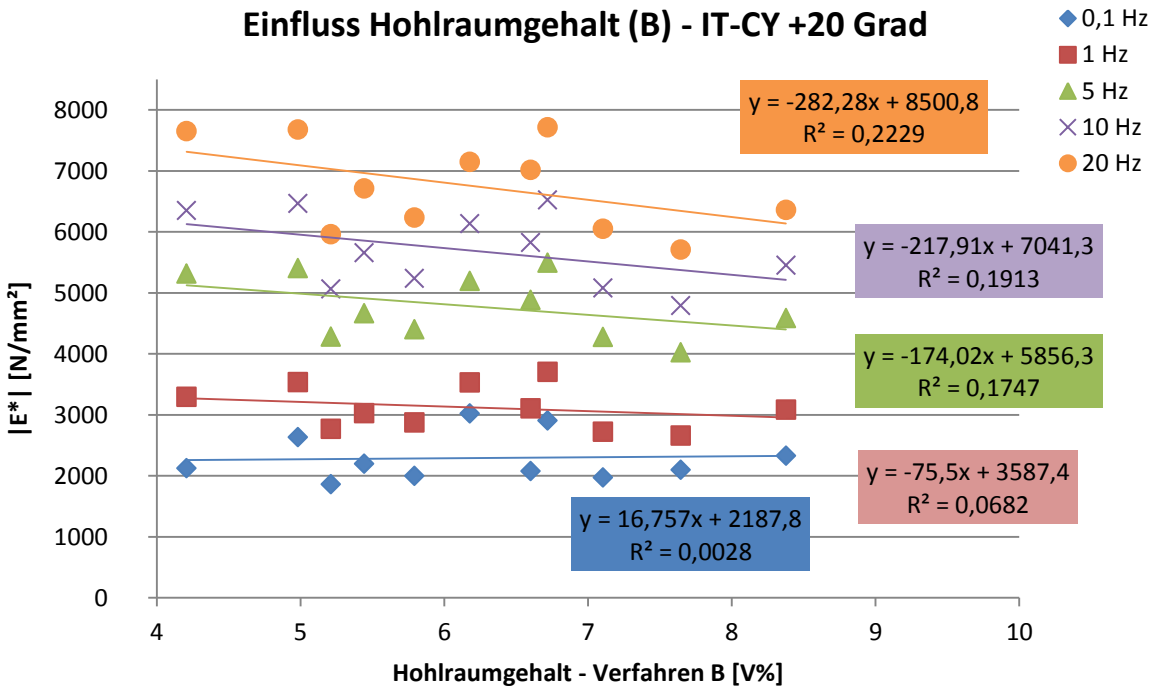


Abbildung 4.7: $|E^*|$ Modul in Bezug auf den Hohlraumgehalt nach Verfahren B bei +20°C

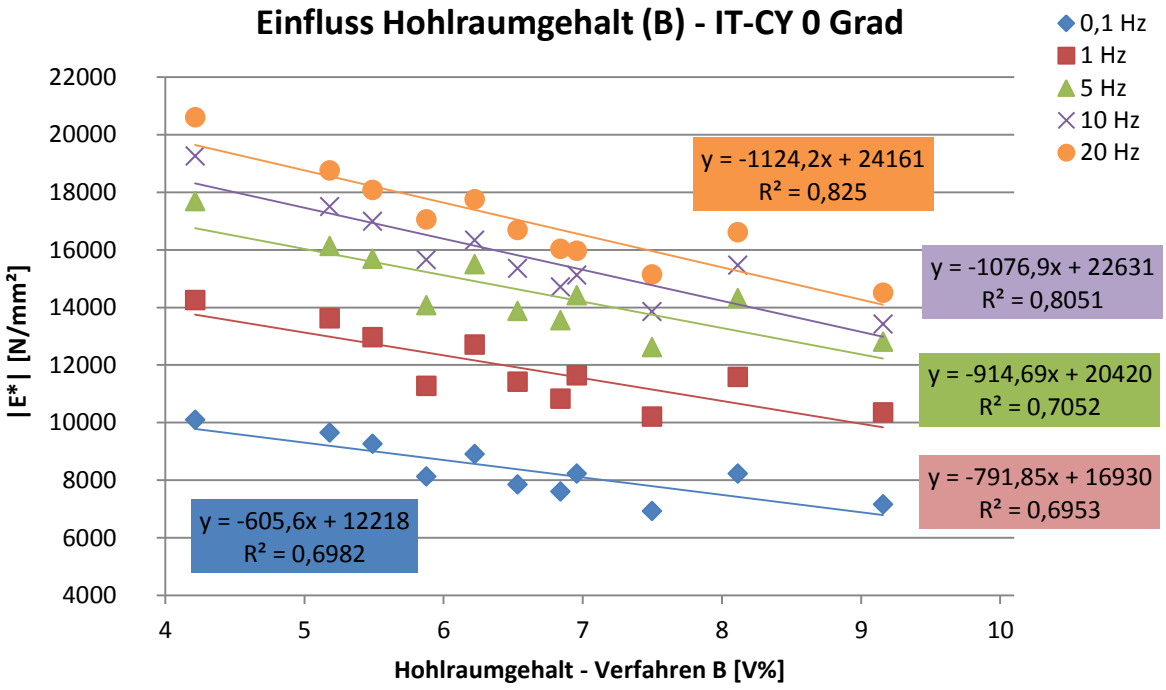


Abbildung 4.8: |E*| Modul in Bezug auf den Hohlraumgehalt nach Verfahren B bei 0°C

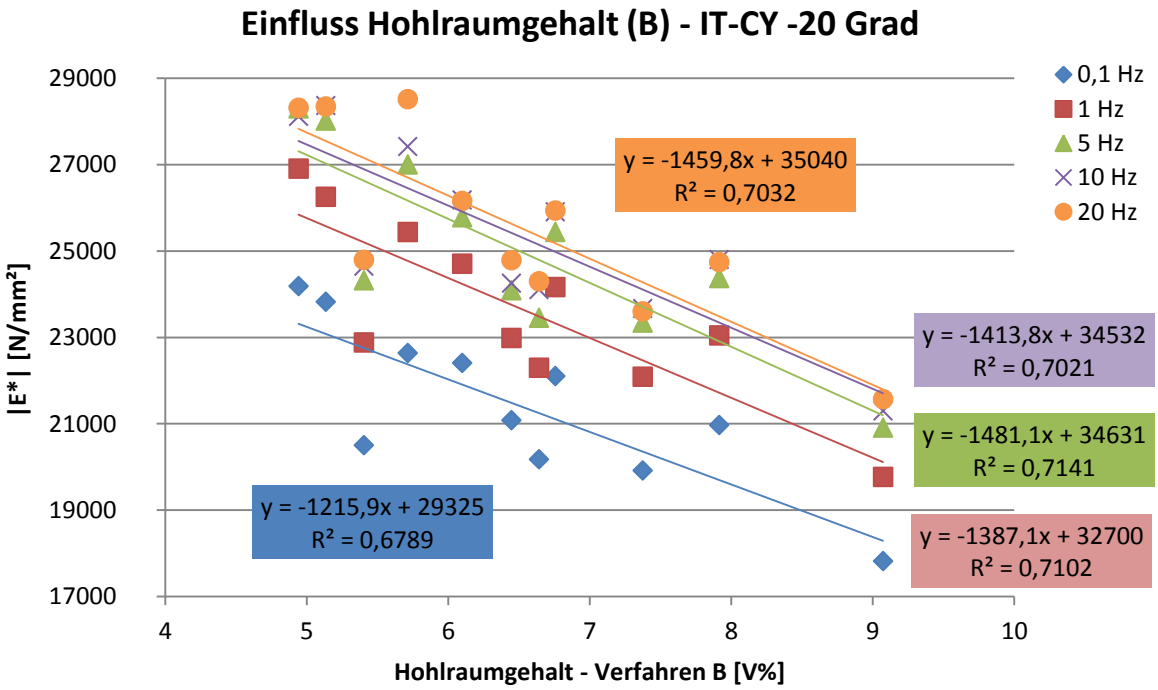


Abbildung 4.9: |E*| Modul in Bezug auf den Hohlraumgehalt nach Verfahren B bei -20°C

Man kann feststellen, dass sich die Werte der Steifigkeiten zwischen 2000 und 8000 N/mm^2 bei +20°C, zwischen 6000 und 20000 N/mm^2 bei 0°C und zwischen 17000 und 29000 N/mm^2 bei -20°C befinden. Unabhängig von der Temperatur nimmt die Steifigkeit bei steigendem

Hohlraumgehalt ab. Auf der Abbildung 4.7 ist zu sehen, dass die Werte der Steifigkeiten ziemlich gestreut sind. Die Abbildung 4.8 zeigt, dass sich die Werte der Steifigkeiten bei 0°C nahezu gleichmäßig ausbreiten, das heißt, in der Nähe der Regressionslinie auf beiden Seiten liegen. Man kann einfach jede einzelne Prüffrequenz und alle Ergebnisse, die zu ihr gehören, beobachten. Die Ergebnisse auf der Abbildung 4.9 zeigen parallele, stark sinkende (mit den steigenden Hohlraumgehältern) Regressionslinien mit kleinen Unterschieden zwischen den Resultaten bei 5, 10 und 20Hz Prüffrequenzen. Die Steifigkeiten sind jedoch innerhalb einzelner Frequenzen wegen der niedrigen Temperatur und steifer Probekörper stark gestreut.

Die Ergebnisse der Versuche wurden mit Hilfe einer linearen Regression dargestellt. Diese Methode erlaubt, verschiedene Frequenzen der Prüfversuche (0.1, 1, 5, 10, 20Hz) innerhalb einer Temperatur miteinander zu vergleichen. Ein fiktiver dynamischer Modul $|E^*|_{3\%,}$ der aus der linearen Verlängerung der Regression zum rechnerischen Hohlraumgehalt (3%) abstammt, wurde benutzt, um die Steifigkeiten zu normieren. Die Abbildungen 4.10, 4.11 und 4.12 stellen einen Zusammenhang zwischen Prüffrequenzen und Änderungen der dynamischen Module $|E^*|$ bei anderen Prüftemperaturen dar.

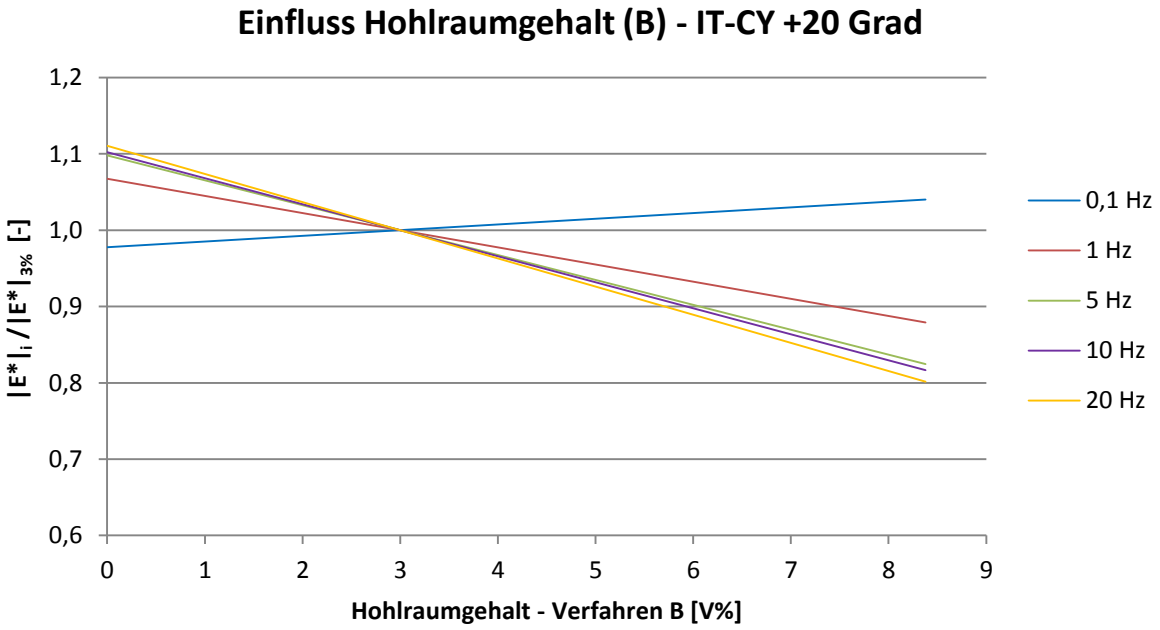


Abbildung 4.10: Veränderung der Steifigkeiten bei +20°C in Abhängigkeit von Hohlraumgehalt nach Verfahren B

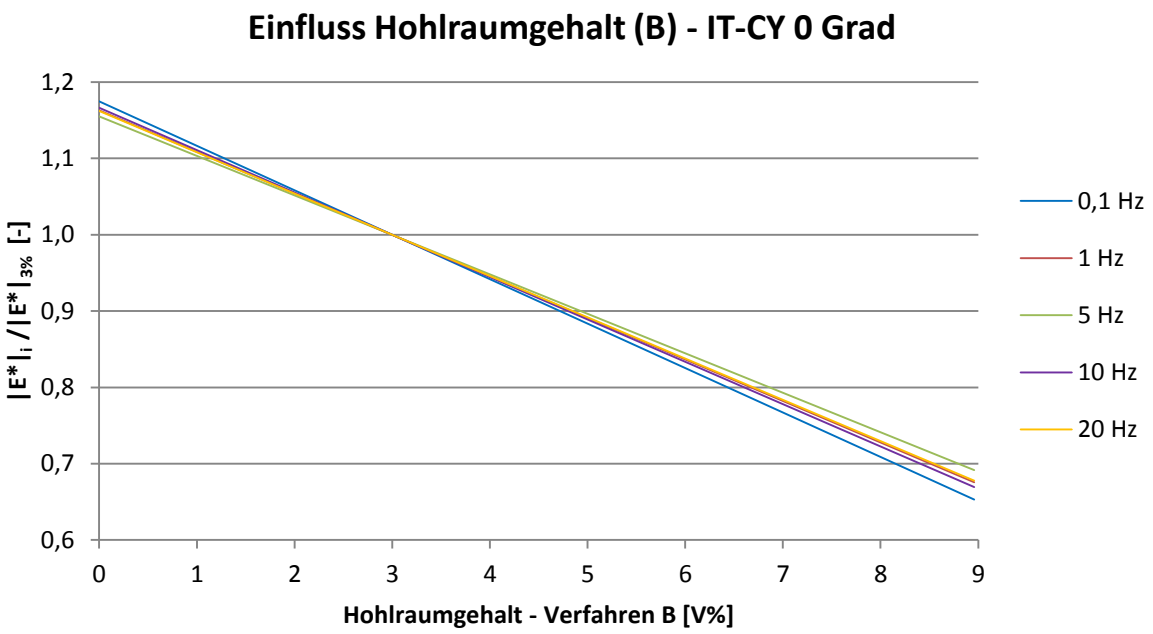


Abbildung 4.11: Veränderung der Steifigkeiten bei 0°C in Abhängigkeit von Hohlraumgehalt nach Verfahren B

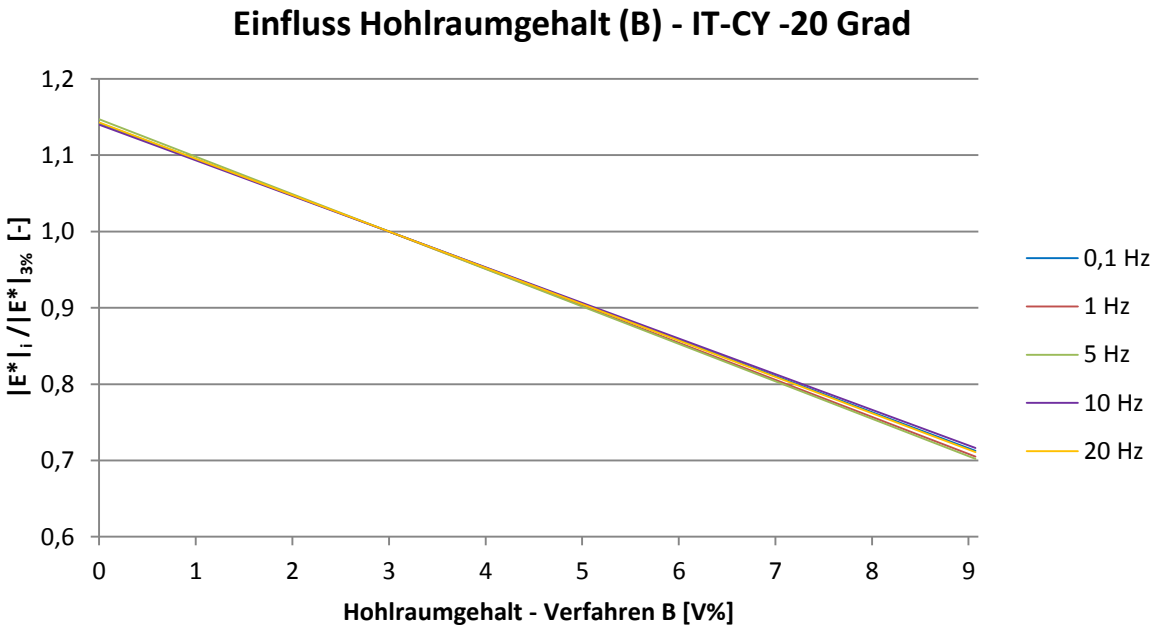


Abbildung 4.12: Veränderung der Steifigkeiten bei -20°C in Abhängigkeit von Hohlraumgehalt nach Verfahren B

Die dargestellten Diagramme zeigen deutlich, wie großen Einfluss die Temperatur der Proben auf die Streuung der Ergebnisse hat. Bei einer Temperatur von +20°C kann man feststellen, dass die Gradienten unterschiedliche Werte darstellen und bei 0,1Hz sich die Steifigkeiten umgekehrt zu anderen Frequenzen benehmen und mit den steigenden

Hochraumgehältern zunehmen. Die Ergebnisse für 1Hz nehmen mit den größeren Hohlraumgehältern ab aber sie sind nicht vergleichbar mit 5, 10 und 20Hz Prüffrequenzen. Dieses Verhalten und die Abweichungen zwischen unterschiedlichen Frequenzen können mit der Lastwechselanzahl verbunden sein. Bei 0,1Hz und 1Hz ist die Zahl der Lastwechsel kleiner als im Vergleich zu höheren Frequenzen. Bei +20°C sind die Probekörper bei diesen Frequenzen weicher und verformungsanfälliger, was diese deutliche Streuung der Werte verursachen kann. Bei 0°C zeigen die Gradienten ähnliche Werte für alle Prüffrequenzen und nehmen mit den größeren Hohlraumgehältern ab. Bei -20°C kann man feststellen, dass die Änderungen der dynamischen Module $|E^*|$ in Abhängigkeit von dem Hohlraumgehalt keinen Zusammenhang mit der Prüffrequenz haben. Die angegebenen Gradienten zeigen fast die gleichen Werte. Dieses Verhalten kann mit der niedrigen Temperatur verbunden sein, weil die Proben bei -20°C steifer und weniger verformungsanfällig sind.

Diese Zusammenhänge betonen deutlich die Wichtigkeit des geeigneten Hohlraumgehalts und der Raumdichte der Asphalte und beweisen den wesentlichen Einfluss auf das Materialverhalten und die Steifigkeit der Asphaltaufbauten. Die Ergebnisse stellen auch die bedeutsame Änderungen der Steifigkeiten von Asphaltprobekörpern bei anderen Temperaturen und Frequenzen dar. Schlechte Verdichtungsergebnisse vermindern die erforderliche Belastbarkeit und können zu Schäden führen. In der Folge würde dieser Fehler eine kürzere Lebensdauer bedeuten.

4.5.2 Einfluss Temperatur und Hohlraumgehalt auf Phasenwinkel bei IT-CY

Der Phasenwinkel Φ und der früher dargestellte komplexe Schubmodul $|E^*|$ beschreiben die visko – elastischen Parameter von Materialien und sie hängen von der Temperatur und Frequenz der Belastung ab. Das Material mit dem Phasenwinkel Φ = 0 ° ist rein elastisch und verhält sich bei 90° rein viskos. Das visko-elastische Materialverhalten von Asphaltaufbauten ändert sich mit der Zeit und verursacht die Zunahme der Steifigkeit und der Sprödheit. Die Untersuchung von Änderungen der Phasenwinkel stellt dar, wie sich das Material bei anderen Temperaturen und Frequenzen verhaltet. Abbildungen 4.13, 4.14 und 4.15 zeigen, wie sich der ermittelte Phasenwinkel mit den verschiedenen Hohlraumgehältern bei drei anderen Temperaturen geändert hat.

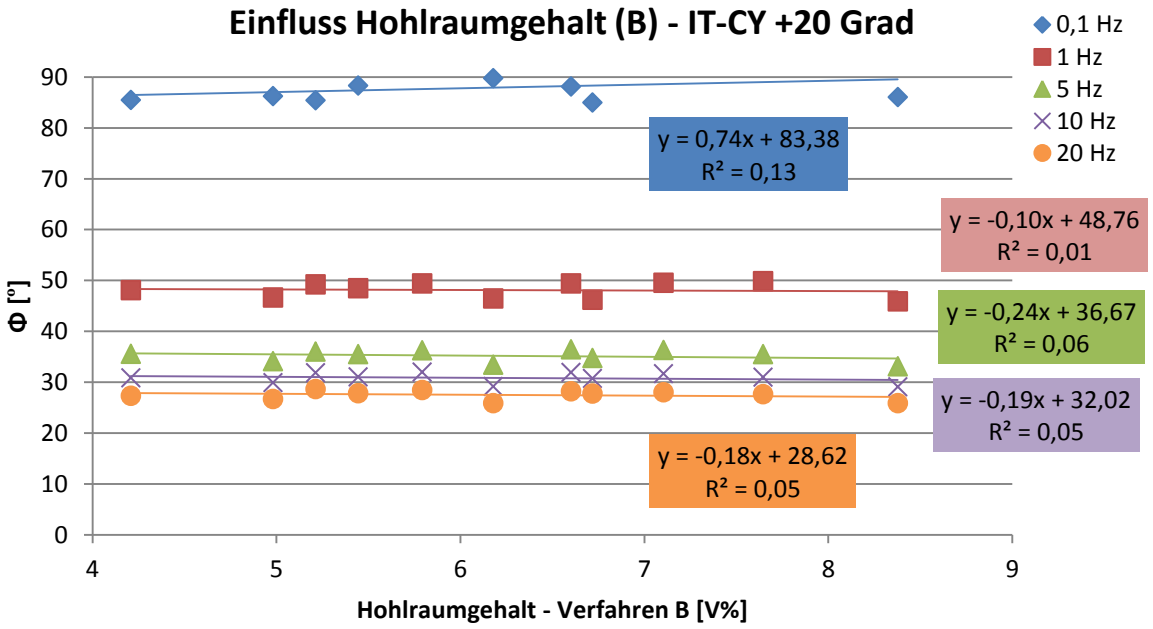


Abbildung 4.13: Phasenwinkel in Bezug auf Hohlraumgehalt nach Verfahren B bei +20°C

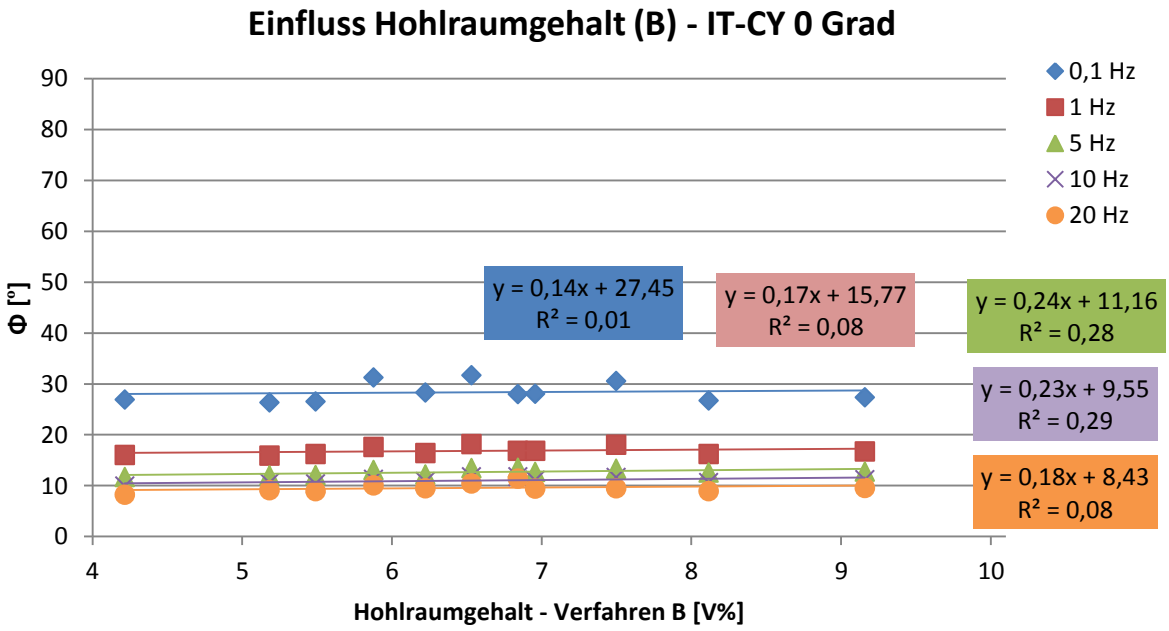


Abbildung 4.14: Phasenwinkel in Bezug auf Hohlraumgehalt nach Verfahren B bei 0°C

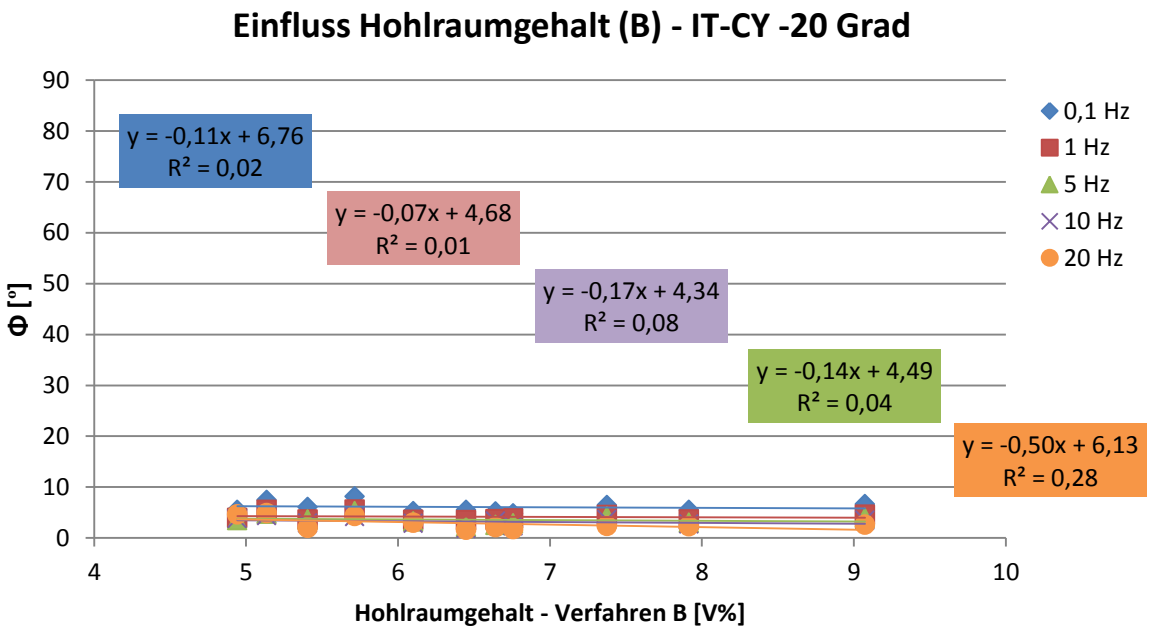


Abbildung 4.15: Phasenwinkel in Bezug auf Hohlraumgehalt nach Verfahren B bei -20°C

Die drei dargestellten Diagramme sind sehr unterschiedlich und zeigen den Einfluss der Temperatur, der Prüffrequenz und des Hohlraumgehalts auf den Phasenwinkel. Die höchsten Werte der Phasenwinkel treten immer bei den niedrigsten Frequenzen auf. Sie steigen unwesentlich mit den zunehmenden Hohlraumgehältern bei den Temperaturen von +20°C und 0°C. Dies bedeutet, dass die Vergrößerung der Hohlräume im Asphaltprobekörper eine geringe Änderung der Materialeigenschaften vom elastischen Bereich zum viskosen Bereich verursacht. Bei niedrigeren Temperaturen ist der Einfluss von Hohlraumgehältern auf Phasenwinkel nicht bedeutsam.

Bei +20°C befinden sich die Werte zwischen ungefähr 30° (5Hz, 10Hz, 20Hz) und 90° (0,1Hz). Bei einer Temperatur von 0°C im Klimaschrank variieren die Werte des Phasenwinkels zwischen 10° und 30°. Bei -20°C liegen sie zwischen 1,5° und 7,5°. Bei -20°C Temperatur ist weiter zu beobachten, dass die kleineren Prüffrequenzen höhere Ergebnisse liefern, es aber unmöglich ist, eine deutliche Zugehörigkeit zu einzelnen Frequenzen, besonders bei höheren Frequenzen, zu unterscheiden. Die Abbildungen 4.13 und 4.14 präsentieren ähnliche Resultate innerhalb einer Prüffrequenz im Gegensatz zum Diagramm bei -20°C, wo die Werte mehr ungeordnet und gestreut sind.

Die Ergebnisse der Versuche wurden analog zur Darstellung der Steifigkeiten mit der linearen Regression dargestellt. Die verschiedenen Prüffrequenzen (0.1, 1, 5, 10, 20Hz) innerhalb einer Temperatur wurden unter Verwendung eines fiktiven Phasenwinkels $\Phi_{3\%}$ verglichen, der aus der linearen Verlängerung der Regression zum rechnerischen Hohlraumgehalt (3%) herauskommt. Die Abbildungen 4.16, 4.17 und 4.18 präsentieren die

Differenz (Φ_i-$\Phi_{3\%)}$ für jede Prüffrequenz und die Änderungen der Phasenwinkel Φ bei anderen Prüftemperaturen.

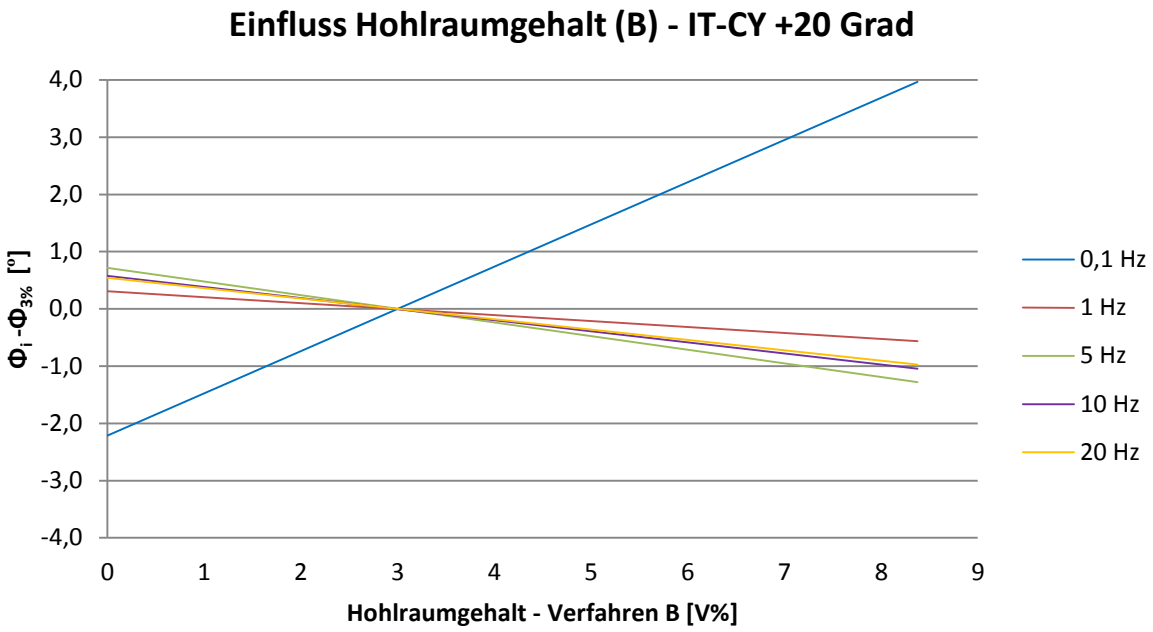


Abbildung 4.16: Veränderung der Phasenwinkel bei +20°C in Abhängigkeit vom Hohlraumgehalt nach Verfahren B

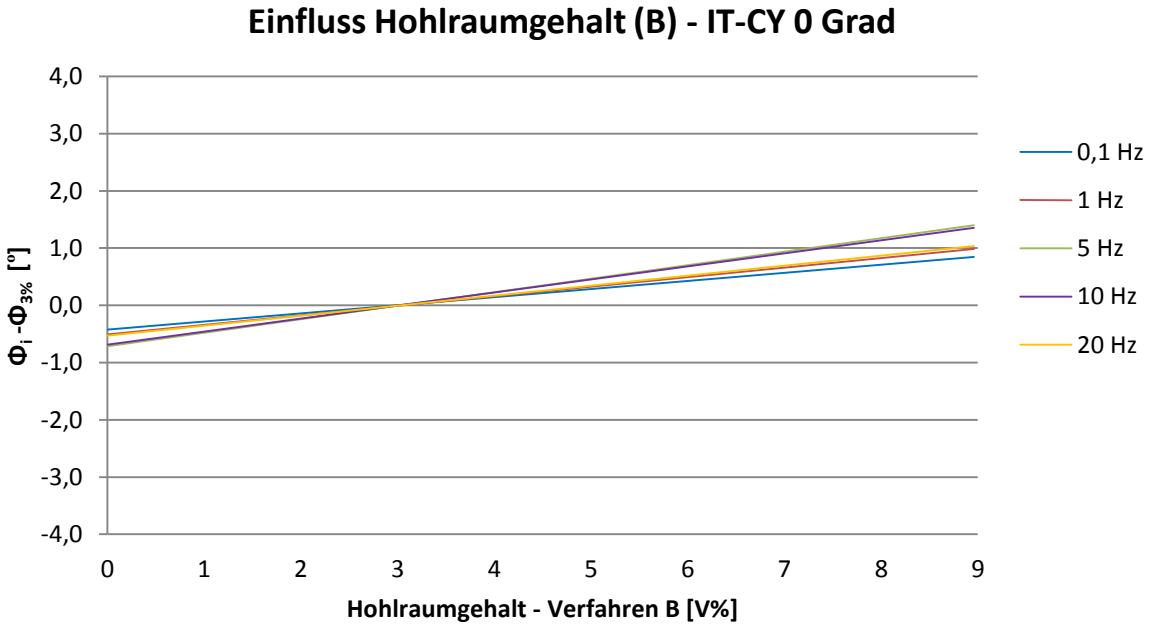


Abbildung 4.17: Veränderung der Phasenwinkel bei 0°C in Abhängigkeit vom Hohlraumgehalt nach Verfahren B

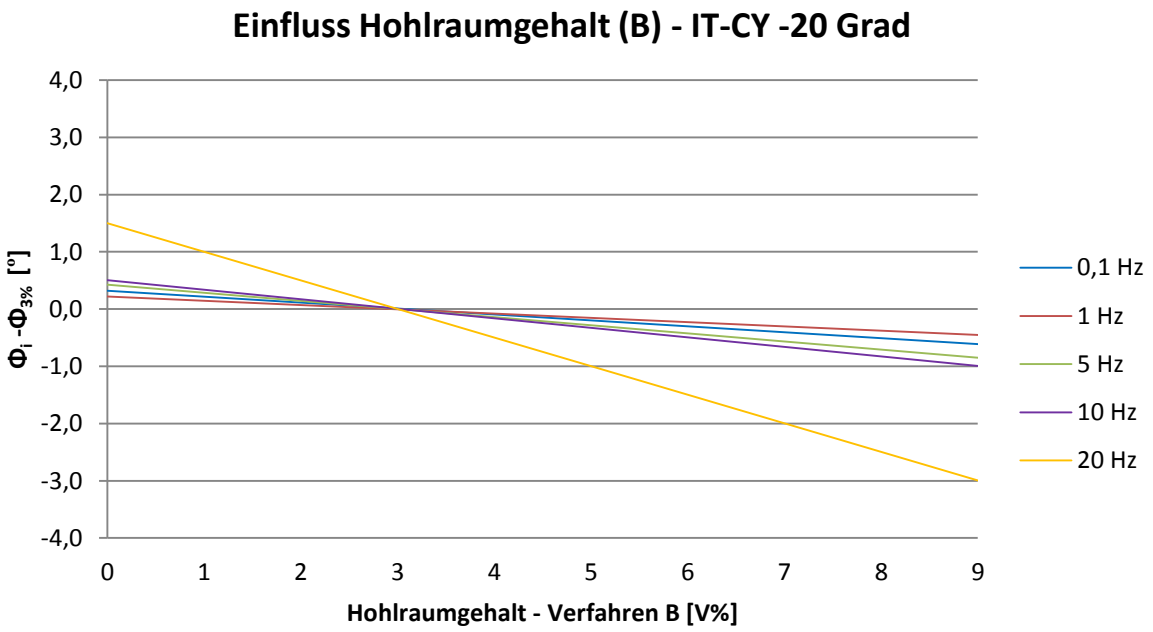


Abbildung 4.18: Veränderung der Phasenwinkel bei -20°C in Abhängigkeit vom Hohlraumgehalt nach Verfahren B

Ähnlich wie bei den Ergebnissen der Steifigkeiten ist zu bemerken, dass die Temperatur einen großen Einfluss auf die Resultate hat. Bei +20°C sind die Gradienten sichtlich unterschiedlich besonders bei der Prüffrequenz von 0,1Hz. Die Werte des Phasenwinkels bei dieser Frequenz nehmen mit den steigenden Hohlraumgehältern zu. Die vier verbleibenden Frequenzen sinken mit dem steigenden Hohlraumgehalt, sind aber nicht gleich. Wie bei Steifigkeit - Gradienten kann der unterschiedliche Verlauf der Gradienten mit der verschiedenen Lastwechselanzahl verbunden sein. Bei 0°C zeigen die angegebenen Gradienten fast die gleichen Werte, was bedeutet, dass die Änderungen der Phasenwinkel bei dieser Temperatur in Abhängigkeit vom Hohlraumgehalt keinen Zusammenhang mit der Prüffrequenz haben. Mit der Zunahme des Hohlraumgehalts steigen die Gradienten für alle Prüffrequenzen.

Bei der Temperatur von -20°C ist zu beobachten, dass bei allen Frequenzen die Werte sinken. Bei 20Hz ist die Neigung der Abnahme bedeutsam größer im Vergleich mit anderen Ergebnissen. Bei -20°C sind die Proben steifer, was bei höheren Prüffrequenzen zu den unterschiedlichen Ergebnissen führen kann. Bei dieser Temperatur und der Frequenz von 20Hz wurde auch die Arbeitsgrenze der Maschine erreicht und die Vibrationen in dem Prüfaufbau wurden bemerkt. Deshalb können die Resultate der Phasenwinkel bei diesen Bedingungen nicht plausibel werden.

Es ist festzustellen, dass die unterschiedlichen Temperaturen, Prüffrequenzen und Hohlraumgehälter der Proben die Phasenwinkelergebnisse der Versuche stark beeinflussen, was die großen Änderungen des visko-elastischen Materialverhaltens von Asphaltaufbauten

in den verschiedenen Bedingungen bestätigt. Bei höheren Temperaturen und kleineren Frequenzen sind die Proben weicher und verformungsanfälliger. Die hohen Frequenzen sind mit den größeren Werten der Lastwechsel verbunden, die bei niedrigeren Temperaturen, wegen der Steifigkeit der Probekörper, die Streuung der Ergebnisse verursachen, wie in der Abbildung 4.18 dargestellt ist.

4.5.3 Zweimalige Wiederholungsprüfungen

Beim Spaltzug-Schwellversuch bei mehrmaligen Prüfungen der zylindrischen Probekörper kann die Struktur der Probe beschädigt werden. Diese Strukturschädigungen haben einen großen Einfluss auf das Materialverhalten. Veränderungen des dynamischen Moduls $|E^*|$ und des Phasenwinkels Φ sind zu untersuchen, um zu prüfen, ob die mehrmaligen Prüfungen derselben Proben zulässig sind. Bei Vorversuchen sind die Oberspannungen so zu wählen, dass die anfängliche horizontale Dehnung ε zwischen 0,05‰ und 0,10‰ bei den Steifigkeitsversuchen liegen soll. Es ist wichtig, dass die gewählten Versuchsparameter die kleinstmöglichen bleibenden Verformungen in den Proben verursachen.

Alle 33 Probekörper (elf Proben pro jede Temperatur, ohne Proben für Vorversuche) wurden zweimal mit den gleichen Versuchsparametern geprüft. Die Ergebnisse der Steifigkeitsversuche sind als Verhältnis Versuch 2 / Versuch 1 ($|E^*|_2$ / $|E^*|_1$ [-]) dargestellt. Die Diagramme zeigen die Werte für die mittleren Frequenzen, also 1Hz, 5Hz, und 10Hz. Die Werte für 0,1Hz und 20Hz als Grenzfrequenzen werden hier nicht dargestellt. Bei 0,1Hz sind die Resultate im Vergleich zu den anderen Frequenzen stark gestreut und nicht vergleichbar. Bei dieser Frequenz erfolgt deutlich weniger Lastwechsel, was als die Ursache der Abweichungen betrachtet werden kann. Die Frequenz von 20Hz kann auch nicht immer als plausibel betrachtet werden, weil z.B. bei -20 Grad die Arbeitsgrenze der Maschine erreicht wurde und während Versuche bei dieser Temperatur und Frequenz die Vibrationen in den Prüfaufbau stattgefunden haben.

Die Abbildungen 4.19, 4.20 und 4.21 präsentieren die Ergebnisse der Veränderungen der dynamischen Module |E*| bei zweimaliger Prüfung bei den Temperaturen +20°C, 0°C bzw. -20°C gemäß nach rechts steigendem Hohlraumgehalt.

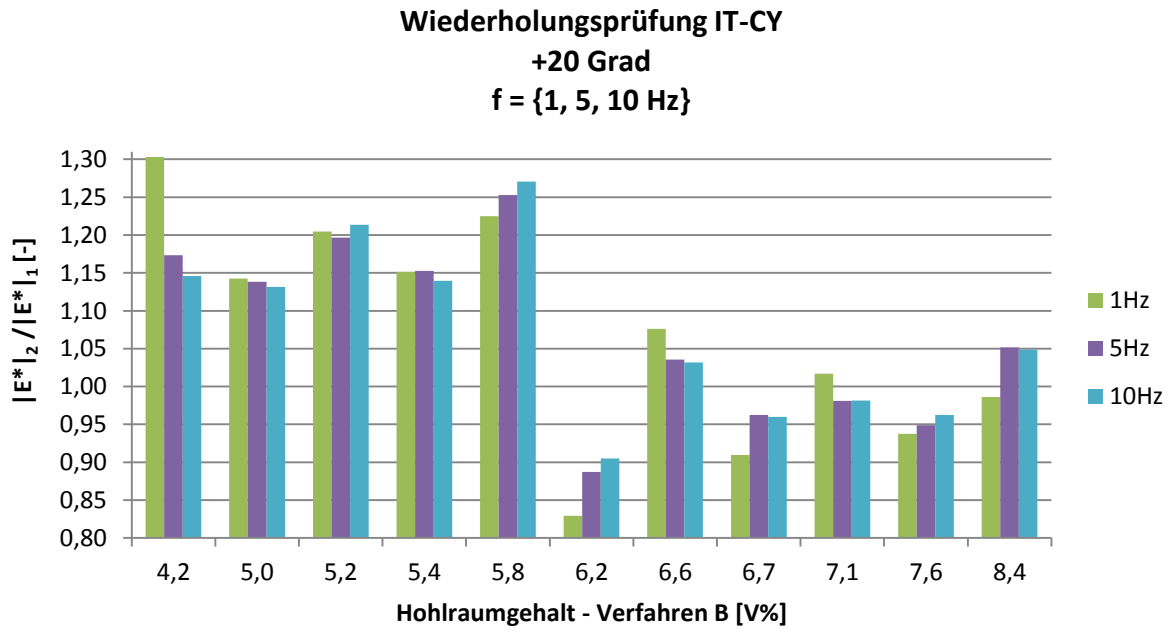


Abbildung 4.19: Veränderung der dynamischen Module |E*| bei zweimaliger Prüfung bei +20°C für 1Hz, 5Hz und 10Hz

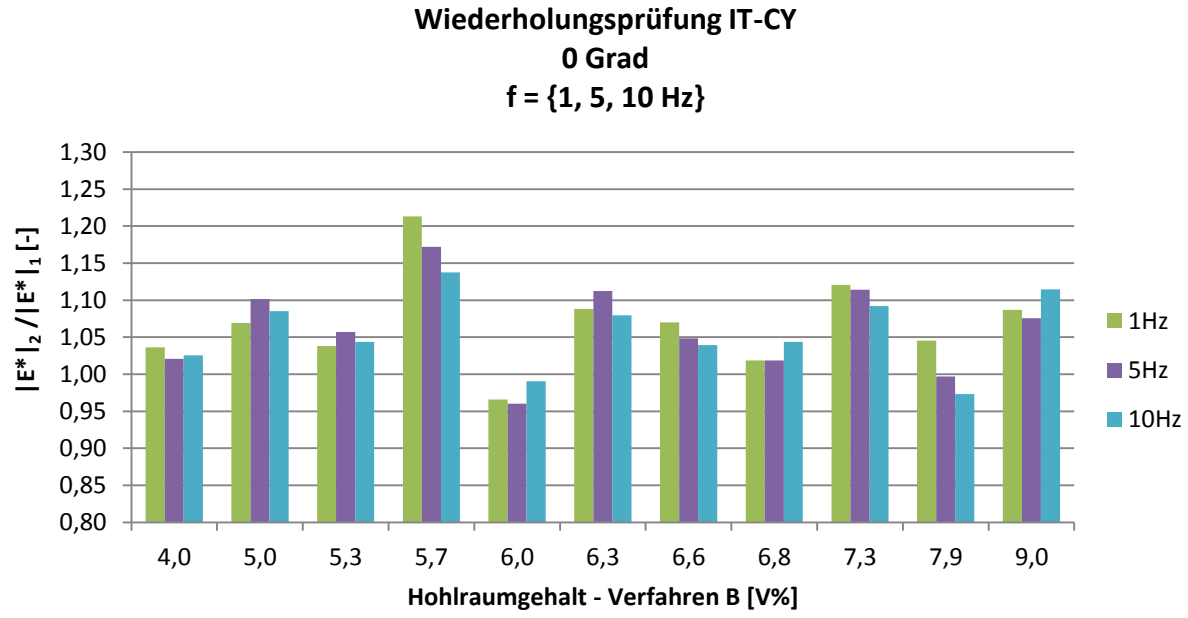


Abbildung 4.20: Veränderung der dynamischen Module |E*| bei zweimaliger Prüfung bei 0°C für 1Hz, 5Hz und 10Hz

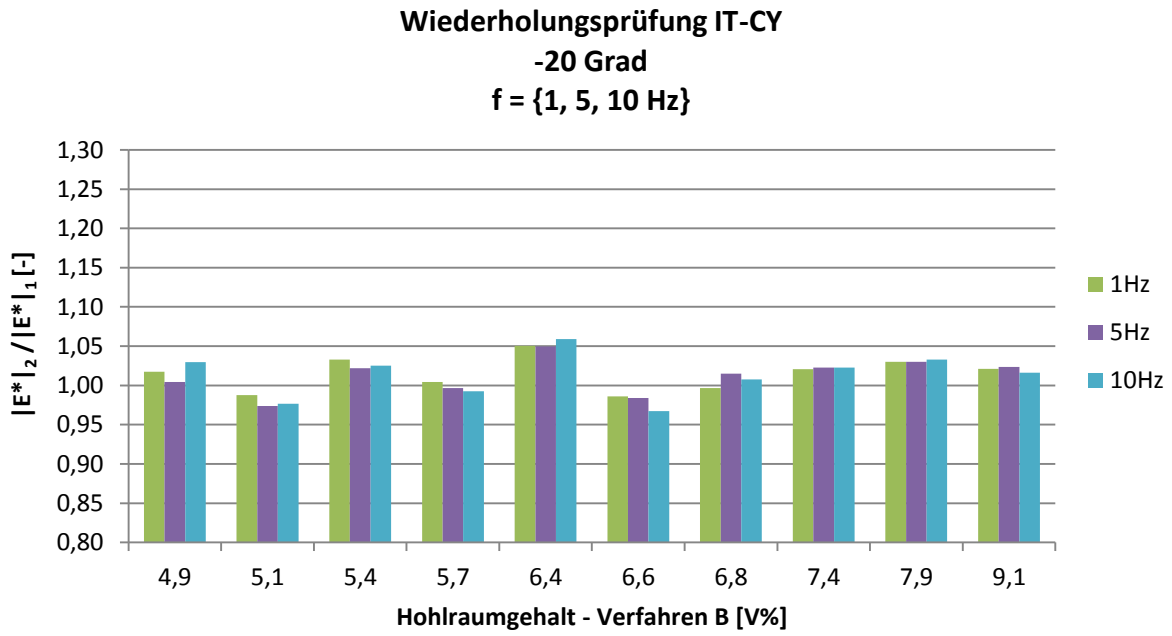


Abbildung 4.21: Veränderung der dynamischen Module |E*| bei zweimaliger Prüfung bei -20°C für 1Hz, 5Hz und 10Hz

Bei +20°C ändert sich die Steifigkeit der Probekörper bei zweimaliger Prüfung um bis zu 30% (durchschnittlich zwischen 10% und 20%). Kleinere Änderungen finden bei größeren Hohlraumgehältern statt. Innerhalb eines Hohlraumgehaltes für die unterschiedlichen Prüffrequenzen variieren die Werte meistens zwischen 5-10%. Die großen Unterschiede zwischen zwei Versuchen sind vor allem mit der Temperatur verbunden. Bei +20°C sind die Probekörper weich und die Verformungen passieren schneller und deutlicher. Wenn die Temperatur niedriger ist und 0°C beträgt, unterscheiden sich die Resultate meistens um bis zu 10% bei zweimaliger Prüfung derselben Probekörper. Die kleinsten Unterschiede sind bei -20°C zu bemerken, weil die Probekörper wegen der niedrigen Temperatur steifer sind. Die Werte zwischen zwei Versuchen differieren bei -20°C um bis zu 5%.

Bei den mehrmaligen Versuchen von gleichen Proben ist der Einfluss der einzelnen Frequenzen und der unterschiedlichen Hohlraumgehälter auf die Ergebnisse der zweimaligen Wiederholungsprüfungen nicht deutlich. Die größten Unterschiede sind in Verbindung mit den verschiedenen Temperaturen des Klimaschrankes und der Proben zu beobachten. Die gezeigten Resultate stellen dar, dass es nicht empfohlen ist, bei hohen Temperaturen die Probekörper mehrmals zu prüfen, weil die Wiederholungsprüfung die Schlussergebnisse der Alterung beeinflussen kann. Die Abweichungen der zweimaligen Prüfung dürfen nicht größer als die Zunahme der Steifigkeit durch Alterung sein.

Bei zweimaliger Prüfung kann sich auch der Phasenwinkel ändern. Für diese Darstellung wurden auch drei Frequenzen (1Hz, 5Hz und 10Hz) gewählt, um die Änderungen bei drei Temperaturen genau zu beobachten. Die Resultate sind als Differenz Φ_2-Φ_1 präsentiert. Die

Abbildungen 4.22, 4.23 und 4.24 zeigen die Veränderung der Phasenwinkel Φ bei zweimaliger Prüfung für die gewählten Frequenzen.

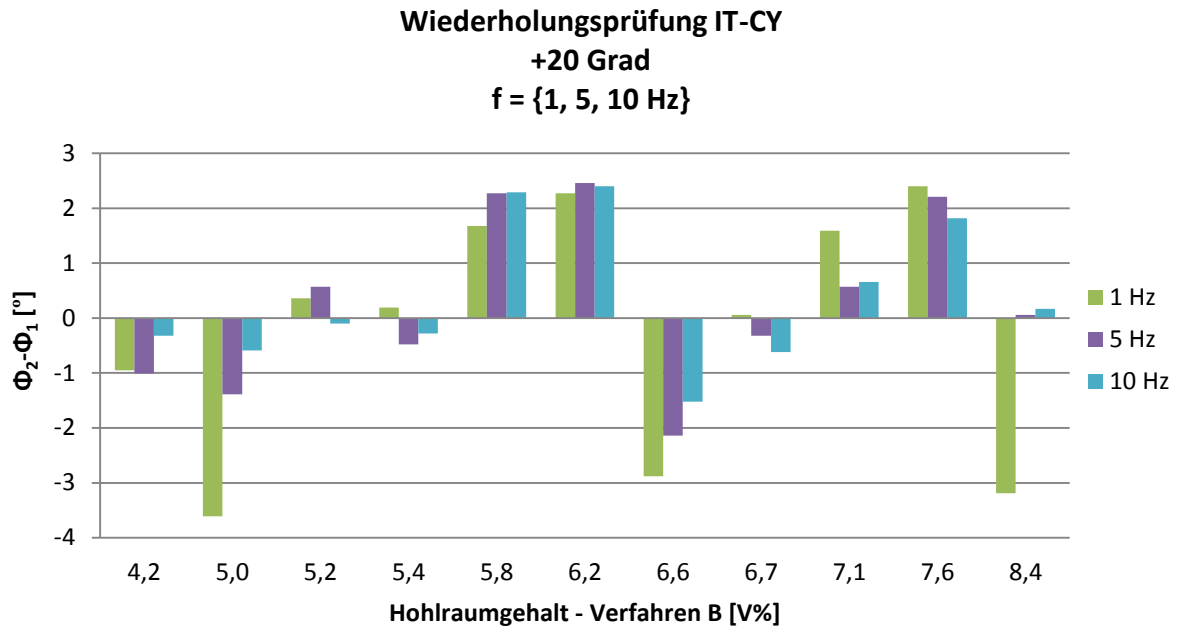


Abbildung 4.22: Veränderung der Phasenwinkel Φ bei zweimaliger Prüfung bei +20°C für die gewählten Frequenzen 1Hz, 5Hz und 10Hz

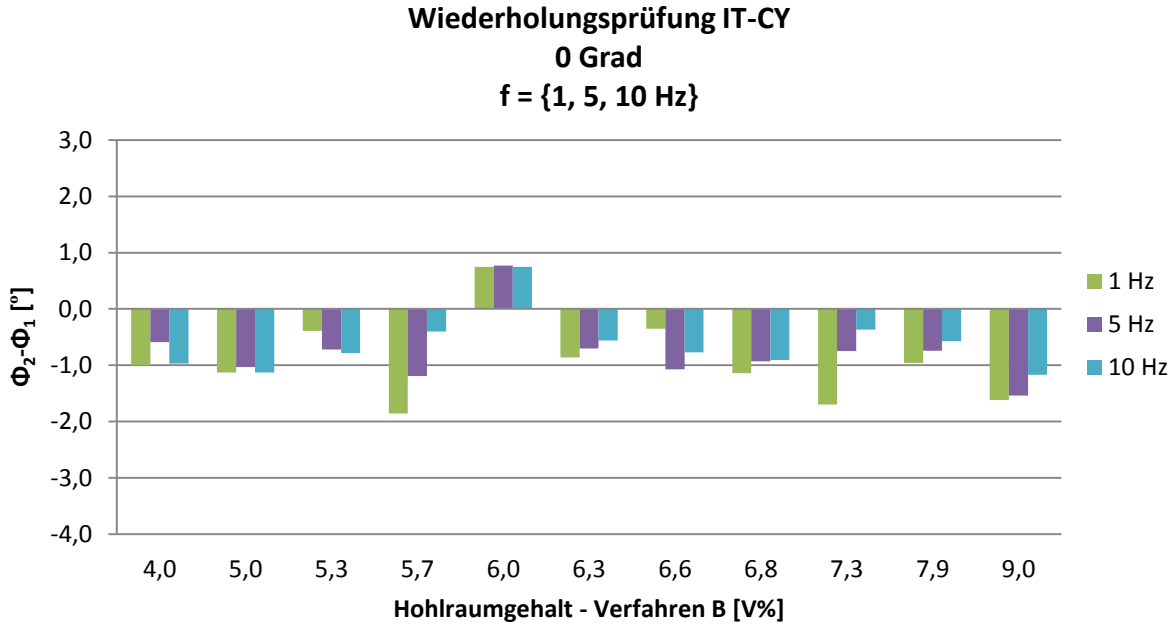


Abbildung 4.23: Veränderung der Phasenwinkel Φ bei zweimaliger Prüfung bei 0°C für die gewählten Frequenzen 1Hz, 5Hz und 10Hz

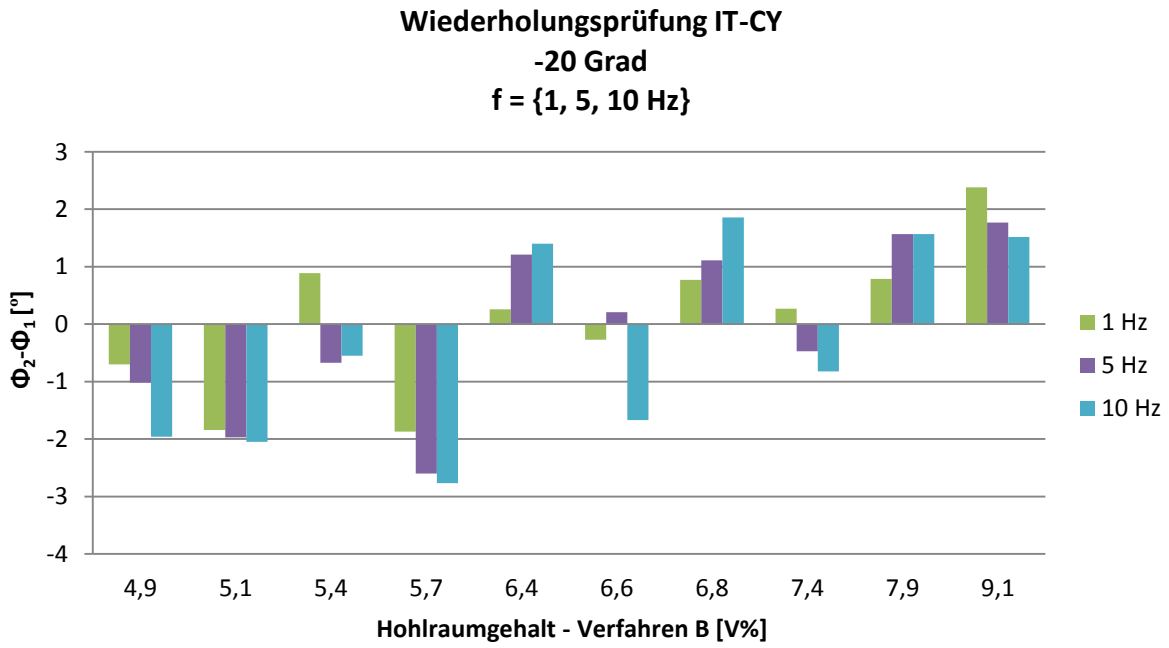


Abbildung 4.24: Veränderung der Phasenwinkel Φ bei zweimaliger Prüfung bei -20°C für die gewählten Frequenzen 1Hz, 5Hz und 10Hz

Die präsentierten Darstellungen zeigen die Änderung des Phasenwinkels bei zweimaliger Prüfung. Die Ergebnisse von beiden Versuchen variieren untereinander um maximal 3,5° bei +20°C, 1° bei 0°C und 3° bei -20°C. Es ist wichtig zu betonen, dass die kleinsten Unterschiede des Phasenwinkels bei zweimaliger Prüfung bei 0°C auftreten. Es ist unmöglich, die deutlichen Zusammenhänge zwischen den Ergebnissen der Phasenwinkeländerungen bei zweimaliger Prüfung zu beobachten, weil sich die Werte unterschiedlich mit den steigenden Hohlraumgehältern und bei den verschiedenen Prüffrequenzen ändern.

4.6 Zusammenfassung

Die Temperatur und der Hohlraumgehalt des Probekörpers beeinflussen die Änderung des dynamischen Moduls. Die größten Abweichungen und die fehlende Regelmäßigkeit sind bei +20°C zu beobachten, weil die Proben weicher und verformungsanfälliger sind. Bei anderen Temperaturen (0°C, -20°C) nimmt jeweils mit den steigenden Hohlraumgehältern die Steifigkeiten ab und die Änderungen der dynamischen Module $|E^*|$ haben keinen Zusammenhang mit den Prüffrequenzen. Die Temperatur hat auch einen Einfluss auf die Größe des Moduls. Die Werte steigen mit sinkender Temperatur und betragen durchschnittlich 5000 N/mm^2 bei +20°C und 23000 N/mm^2 bei -20°C.

Die Temperatur und die Prüffrequenz beeinflussen den Phasenwinkel und die Streuung der einzelnen Ergebnisse. Die höchsten Werte der Phasenwinkel treten immer bei niedrigsten Frequenzen auf. Die kleinsten Phasenwinkel sind bei niedrigster Temperatur zu beobachten. Die Werte liegen bei +20°C im Bereich zwischen 30° (5Hz, 10Hz, 20Hz) und 90° (0,1Hz) und

bei -20°C betragen sie durchschnittlich 5°. Man kann keinen deutlichen Einfluss des Hohlraumgehalts auf den Phasenwinkel beobachten.

Die Steifigkeitsergebnisse der Wiederholungsprüfungen variieren stark in Abhängigkeit von der Temperatur. Das Verhältnis zwischen beiden Versuchen bei +20°C beträgt bis zu 30%. Die kleinsten Unterschiede sind bei -20°C zu bemerken und betragen nicht mehr als 5%. Der Hohlraumgehalt und die Frequenzen haben keinen Einfluss auf die Steifigkeitsänderungen zwischen zwei Versuchen. Die Änderung des Phasenwinkels bei zweimaliger Prüfung beträgt zwischen 1° bei 0°C und 3,5° bei -20°C. Ähnlich wie bei Steifigkeitsänderungen sind die genauen Zusammenhänge zwischen Hohlraumgehalt, Prüffrequenz und Änderung des Phasenwinkels unmöglich zu bemerken. Die Werten sind stark gestreut.

Es ist wichtig, darauf zu achten und zu berücksichtigen, dass bei Laboralterungsprüfungen die Änderung der Steifigkeit vor und nach der Alterung die Abweichungen der zweimaligen Prüfung überwinden darf. Deshalb soll die prozentuelle Grenze vor den Versuchen für die gewählte Temperatur und für die vorbereiteten Probekörper ermittelt werden, wenn die Zunahme der Steifigkeit aus der Alterung stammt und nicht bei der mehrmaligen Prüfung hervorgerufen wird. Nur dann sind die Resultate der Alterung maßgeblich. Die richtige Auswertung der Ergebnisse und das genaue Verständnis der Zusammenhänge zwischen Temperatur, Hohlraumgehalt und Prüffrequenz bzw. deren Einfluss auf die Steifigkeiten und die Phasenwinkel ermöglichen, die richtigen Schlussfolgerungen zu ziehen.

5 Viennese Aging Procedure – VAPro

Die Idee von VAPro umfasst die Durchströmung der Asphaltprobekörper mit einem Oxidationsmedium, um die Langzeitalterung des Bitumens im Labor zu simulieren. Die ersten Vorversuche wurden im Jahr 2013 durchgeführt. Mit Hilfe eines Unterdruckes wurde ein flüssiges Oxidationsmittel in die Proben eingebracht. Die Ergebnisse waren nicht zufriedenstellend und deshalb wurde die Prozedur des Versuchs geändert. Im Folgenden wurde das gasförmige Oxidationsmittel mit Hilfe eines Überdruckes durch den Probekörper hindurchgeströmt. Die Resultate von diesen Versuchen haben gezeigt, dass die Verwendung des gasförmigen Oxidationsmittels wirkungsvoller auf die Proben war. (Steiner, 2014b)

Im Zuge dieser Arbeit wurde die Wirkung der unterschiedlichen gasförmigen Oxidationsmittel geprüft und deren Effektivität bei den Alterungsprozessen ermittelt. Die Ergebnisse wurden auch mit der weltweit bekannten Langzeitalterungsmethode (RTFOT+PAV) verglichen. Zusätzlich wurde die Bedeutung des Hohlraumgehaltes von Asphaltprobekörpern für die entsprechenden Durchströmungseigenschaften untersucht.

Die weiteren Versuche für VAPro wurden im Jahr 2014 durchgeführt. Die variierenden Parameter bei diesen Versuchen waren die Temperatur des Wärmeschrankes (+45°C, +60°C, +75°C) und die Dauer der Alterung (1, 2, 3 und 6 Tage). Es wurde festgestellt, dass die Alterungsdauer von drei oder mehr Tage und die Verwendung von Anwärmspirale die größte Steifigkeitszunahme von Asphaltprobekörpern gewährleistet. Die Temperatur des Wärmeschrankens von 60°C und 75°C bei der 3-tägigen Alterungsdauer zeigt größere Steifigkeitszunahmen als bei 45°C. Da die Versuche bei 60°C und 75°C vergleichbare Resultate liefern, wurden bei dieser Arbeit 60°C für den Wärmeschrank für alle Versuche gewählt. Sie wurden mit der Verwendung der Anwärmspirale durchgeführt und die Alterungsdauer wurde für drei bzw. sieben Tage ermittelt.

5.1 Materialien

Für diesen Teil der Arbeit wurden sieben Platten mit insgesamt 56 Probekörpern vorbereitet. Davon wurden acht Probekörper mit den entsprechenden Hohlraumgehältern für die Alterungsversuche gewählt. Alle Platten haben dieselben Eigenschaften und Kenngrößen bezüglich des Asphaltmischguts, das mit maximaler nominaler Gesteinskörnung von 11mm (AC 11) benutzt wurde. Jede Korngruppe hat eigene Parameter, die nach genormten Prüfverfahren festgelegt wurden. Für die Herstellung der Probekörper wurden Gesteine mit der Bezeichnung „Loja“ verwendet. Kalksteinmehl wurde als Fremdfüller benutzt.

Der Bindemittelgehalt beträgt 5,2 M.-% und der Hohlraumgehalt aller Probekörper variiert zwischen 3,7 und 9,5 Vol.-%. Straßenbaubitumen 70/100 mit dem internen Laborcode B637A wurde verwendet, um die Probekörper zu herstellen. Tabelle 5.1 zeigt die wichtigsten Eigenschaften des Bitumens.

Tabelle 5.1: Bitumenkenngrößen

Versuch	Einheit	Kennwert
Ring und Kugel	°C	47,2
Penetration	1/10 mm	79

Die Sieblinien für die Probekörper wurden nach ONR 23580:2010 (Erstprüfung von Asphaltmischgut, Regeln zur Umsetzung der ÖNORM EN 13108-20:2009 - Empirischer Ansatz) für Asphaltmischgut AC 11 deck 70/100, A1, G1 bestimmt. Tabelle 5.2 enthält Informationen über Asphaltsorte, Bitumen, Füller und Gesteinsart und stellt alle wichtigste Parameter der Platten dar. Für jede Korngruppe gibt es minimale und maximale Werte, die gemäß ONR 23580:2010 bestimmt wurden und zwischen den sich IST Sieblinie befinden soll. Sie sind in der Tabelle 5.3 dargestellt. Die Abbildung 5.1 zeigt die grafische IST-Sieblinie des vorhandenen Asphaltmischguts mit Grenzbereichen.

Tabelle 5.2: Mischgutkerngrößen

Platten	E897	E898, E899, E900	E901, E902, E903
Asphaltsorte	AC 11 deck 70/100, A1, G1	AC 11 deck 70/100, A1, G1	AC 11 deck 70/100, A1, G1
Asphaltsorte Laborcode	AS930	AS958	AS958
Bitumen	70/100	70/100	70/100
Bitumen Laborcode	B637A	B637A	B637A
Bindemittelgehalt	5,2%	5,2%	5,2%
Füller	Kalksteinmehl	Kalksteinmehl	Kalksteinmehl
Füller Laborcode	F053	F053	F053
Gesteinsart	Loja 0/2, 2/4, 4/8, 8/11	Loja 0/2, 2/4, 4/8, 8/11	Loja 0/2, 2/4, 4/8, 8/11
Gesteinsart Laborcode	G762, G764, G725, G726	G762, G764, G725, G726	G762, G764, G725, G726

Tabelle 5.3: Sieblinie des Asphaltmischguts mit Grenzwerten

Korngruppe	Ist-Sieblinie	unt. Grenze	ob. Grenze
0,063	7,76	5	11
0,125	11,45	6,7	14,6
0,25	16,19	10	22
0,5	22,07	13	29
1	28,70	19	38
2	38,87	30	50
4	55,33	43	67
8	76,18	65	88
11,2	95,28	90	100
16	100	100	100

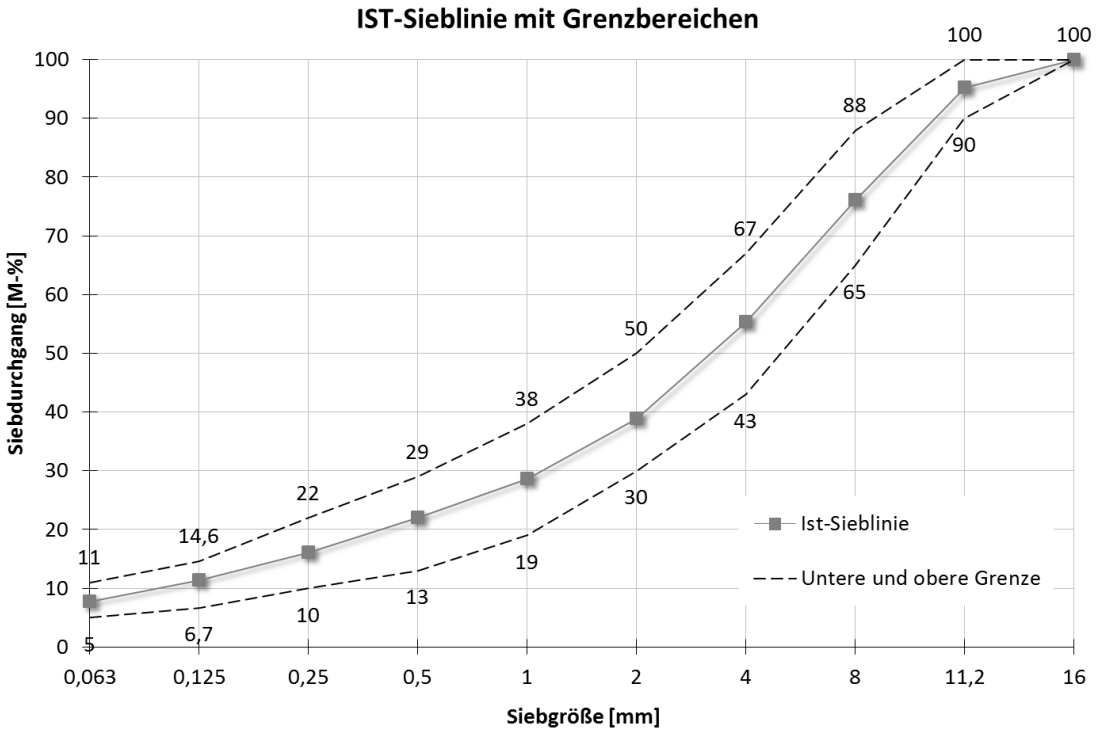


Abbildung 5.1: Darstellung der IST-Sieblinie mit Grenzbereichen

5.2 Herstellung der Probekörper

Dieser Teil der Diplomarbeit umfasst sieben Platten, die im Gegenlaufzwangsmischer gemischt und dann mit dem Walzsegmentdichter verdichtet wurden. Aus sieben Platten (50x26x4cm) wurden anschließend 56 zylindrische Probekörper (DN=100mm; H=40mm) ausgebohrt. Die Abbildung 4.2 präsentiert die schematische Darstellung der Platte.

Die Rohdichte der Probekörper wurde gemäß EN 12967-5, 2010 mit der Hilfe von Verfahren A (Volumetrisches Verfahren) mit der Prüftemperatur von 25°C und luftfrei gekochtem Wasser als Prüfflüssigkeit ermittelt und beträgt 2,562 Mg/m^3. Die Raumdichte der Probekörper wurde nach EN 12967-6, 2007 gemäß Verfahren B (Raumdichte – gesättigte Oberfläche trocken) und Verfahren D (Raumdichte durch Ausmessen) berechnet. Genaue Beschreibung der Bestimmung von Rohdichte bzw. Raumdichte befindet sich in 4.2.1 und 4.2.2. Der Hohlraumgehalt wurde nach EN 12967-8, 2003 mit Verwendung von Rohdichte und Raumdichte ermittelt (wie in 4.2.3).

Der Hohlraumgehalt wurde als Wahlkriterium der Probekörper in diesem Teil der Diplomarbeit für die Alterungsversuche gewählt. Die genaue Bestimmung des Hohlraumgehalts hat einen großen Einfluss auf die Alterungsergebnisse. Zu dichte Proben erlauben keine Durchströmung und sie sind wegen zu kleiner Durchlässigkeit nicht für die Versuche geeignet. Die Probekörper mit Hohlraumgehalt zwischen 5,5 Vol.-% und 7,5 Vol.-% wurden für die Alterung gewählt. Das Prüfprogramm befindet sich unter Punkt 5.4.

5.3 Prüfmethoden

5.3.1 Rückgewinnung des Bitumens

Um die Steifigkeiten des Bitumens vor und nach Alterung zu vergleichen, muss man aus den Asphaltprobekörpern, die mit VAPro gealtert sind, das Bitumen rückgewinnen. Dieser Prozess wurde mit der Hilfe des Asphaltanalysators ecoTest des Unternehmens infraTest nach EN 12697-3 durchgeführt. Mithilfe des Lösungsmittels Tetrachlorethylen wurde das Bitumen von den anderen Komponenten (Gestein und Füller) getrennt. Um das Bitumen vom Lösungsmittel zu trennen, wurde eine Vakuumdestillation verwendet.

5.3.2 Ermittlung der Steifigkeit des Bitumens

Um das rückgewonnene Bitumen untersuchen zu können und seine Steifigkeit und rheologische Eigenschaften zu prüfen, verwendet man den Dynamic Shear Rheometer (DSR). Die visko – elastischen Eigenschaften des Bitumens werden mit der Hilfe von Schwingungsversuchen (Oszillationsversuchen) beschrieben. Für diese Arbeit wurden bei der Ermittlung der Steifigkeit die Testparameter variiert, für die Schlussergebnisse wurden jedoch die Resultate mit der Temperatur von 46°C und der Frequenz 1,592Hz gewählt. Das Gerät besteht aus 2 Platten, wobei die obere Platte sich oszillierend bewegt und die untere Platte still bleibt. Ein kraftschlüssig eingespanntes Bitumen wird zwischen beiden Platten deformiert. Die auftretenden Scherverformungen und Spannungen werden aufgezeichnet. (Hospodka, 2013) Die Abbildung 5.2 stellt das Platte – Platte Messsystem dar.

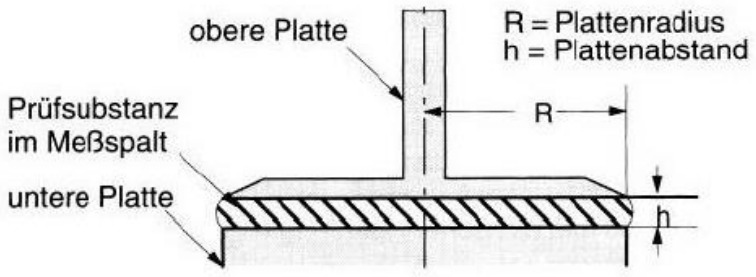


Abbildung 5.2: Platte – Platte Messsystem – DSR (Litzka, 1998)

Zum Einsatz kommen zwei verschiedene Messköpfe: „PP08“ und „PP25“. Die Zahlen beschreiben den Durchmesser der Platten in beiden Fällen. Der Messkopf „PP25“ wird mit 1mm Messspalt verwendet. Der „PP08“ Messkopf wird mit 2mm Messspalt verwendet. Bei einem Platte – Platte Messsystem definiert man die Deformation als Verhältnis zwischen Auslenkung des Messkopfs und Spalt zwischen unterer Platte und Messkopf. 100% Deformation bei „PP25“ gleicht einer Auslenkung am äußersten Umfang des Messkopfes von 1mm. Die Messgenauigkeit des Rheometers ist hoch, deshalb bestimmt eine Deformation von 1% das Material schon sehr gut. Die Abbildung 5.3 zeigt einen Oszillationszyklus, der die Basis ist, um den komplexen Schubmodul |G*| und den Phasenwinkel Φ zu berechnen und

somit das visko – elastische Verhalten des Bitumens zu ermitteln (Vergleich zwischen den Verläufen der Scherspannung und der Deformation). (Hospodka, 2013)

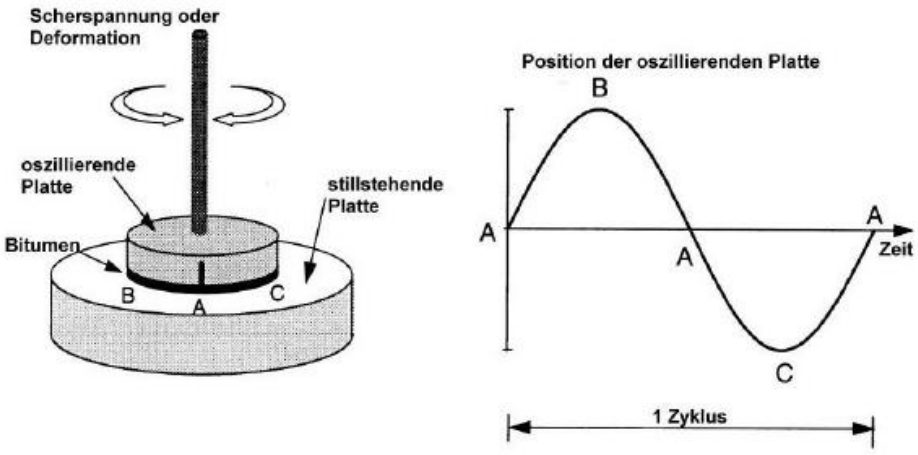


Abbildung 5.3: Oszillationszyklus (1 Zyklus = A – B – A – C – A) (Litzka, 1998)

Die Abbildung 5.4 stellt das visko – elastische Verhalten des Bitumens dar. Der Phasenwinkel beschreibt die Zeitverschiebung zwischen der maximalen Deformation und der maximalen Scherspannung. Der Phasenwinkel Φ des Bitumens liegt in einem Bereich zwischen 0 und 90 Grad, wobei ein Material mit Phasenwinkel Φ = 0° rein elastisch ist und bei 90° sich rein viskos verhaltet. Bei Alterung wird Bitumen steifer (komplexer Schubmodul |G*| nimmt zu) aber elastischer (Phasenwinkel Φ sinkt) sein. (Hospodka, 2013)

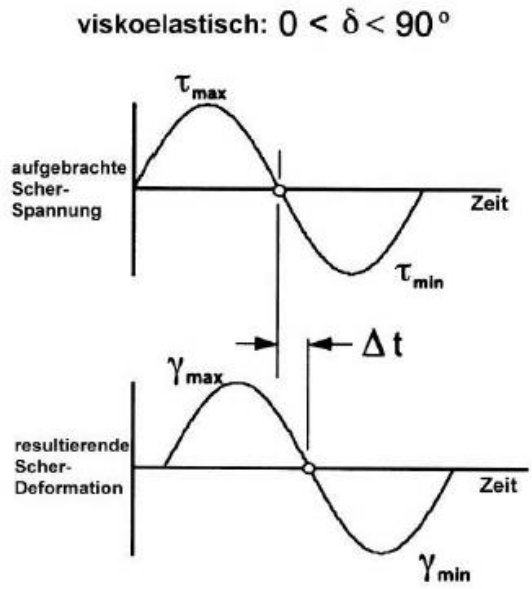


Abbildung 5.4: Visko – elastisches Verhalten des Bitumens (Litzka, 1998)

Es gibt unterschiedliche mögliche DSR Prüfbedingungen, die in der Tabelle 5.4 dargestellt sind. Sie unterscheiden sich voneinander durch den Durchmesser der Platte, den Messspalt und die Testparameter (Temperatur und Frequenz). Alle Probekörper bei dieser

Diplomarbeit wurden mit den Versuchsparametern von DSR 3 geprüft. Wegen der kleinen Unterschiede der Schlussergebnisse von Bitumensteifigkeiten bei den verschiedenen Temperaturen wurden die Endresultate bei +46°C Prüftemperatur und 1,592Hz Prüffrequenz dargestellt und verglichen. Die Ergebnisse werden in Kapitel 5.5 präsentiert und besprochen.

Tabelle 5.4: Mögliche DSR Versuchsparameter

	DSR 1	**DSR 2**	**DSR 3**
Plattengeometrie:	PP08	PP25	PP25
Bitumenspalt:	2mm	1mm	1mm
Temperatur:	(-10) - (+40) °C	(+30) - (+80) °C	(+46) - (+82) °C
Frequenz:	0,1 - 0,3 - 1 - 1,592 - 3 - 5 - 10Hz	0,1 - 0,3 - 1 - 1,592 - 3 - 5 - 10Hz	1,592Hz

Der komplexe Schubmodul |G*| gibt Information darüber, mit welchem Kraftaufwand sich eine Substanz verformen lässt. Ein hoher komplexer Schubmodul beschreibt die Materialien, die schwer verformbar sind und ein niedriger Wert des komplexen Schubmoduls bezeichnet die leicht verformbaren Substanzen. (Litzka, 1998) Aus der Verformung wird die Deformation und nach folgenden Formeln (gemäß Litzka, 1998) der komplexe Schubmodul berechnet:

Berechnung des komplexen Schubmoduls |G*|:

$$\tau_{max} = \frac{2 * M_{max}}{\pi * r^3} \quad [Pa]$$

τ_{max} – Scherspannung [Pa]
M_{max} – maximal aufgebrachtes Drehmoment [Nm]
r – Plattenradius [m]

$$\gamma_{max} = \frac{\alpha_{max} * r}{h} \quad [-]$$

γ_{max} – Deformation [-]
α_{max} – Verdrehwinkel [rad]
r – Plattenradius [m]
h – Messspalt [m]

$$|G^*| = \frac{\tau_{max}}{\gamma_{max}} \quad [Pa]$$

|G*| – komplexer Schubmodul [Pa]
τ_{max} – Scherspannung [Pa]
γ_{max} – Deformation [-]

Berechnung des Phasenverschiebungswinkel δ:

$$\delta = \frac{\Delta t}{t} * 360° \quad [°]$$

δ – Phasenverschiebungswinkel [°]
Δt – Zeitverschiebung zwischen τ_{max} und γ_{max} [s]
t – Zeit für eine Schwingung [s]

$$t = \frac{1}{f} \quad [s]$$

t – Zeit für eine Schwingung [s]
f – Frequenz [Hz]

5.3.3 Alterungsversuche – VAPro - Methode

5.3.3.1 Grundlagen der VAPro - Methode

Dieser Teil der Diplomarbeit verwendet die Alterungsmethode VAPro - Viennese Aging Procedure. Das Grundprinzip der Methode umfasst ein gasförmiges Oxidationsmittel, das durch den Probekörper durchströmt und im Endergebnis die Alterung verursacht.

Abbildung 5.5 zeigt schematisch den Aufbau und die Einrichtungen, die für VAPro mit Ozon und Stickstoffoxid angereichter Druckluft als Oxidationsmittel benutzt werden. In diesem Fall wird die Druckluft bei normaler Temperatur aus dem Laborsystem genommen und läuft durch den Druckminderer, der für konstanten Durchfluss und Gasdruck verantwortlich ist. Bei Proben, für die die Durchströmung mit Ozon und Stickoxid angereicherter Druckluft als Oxidationsmittel vorgesehen ist, reichert das Ozongerät die Druckluft mit Ozon und Stickoxiden an. Das Gasgemisch fließt durch die Anwärmspirale. Deshalb befindet sich die Anwärmspirale in dem Becherglas mit Rapsöl (+70°C), das auf dem Magnetrührer platziert ist. (Steiner, 2014b)

Wenn die Probekörper nicht mit Ozon durchgeströmt werden, läuft Druckluft direkt nach Druckminderer zu der Anwärmspirale. Bei Durchströmung mit Sauerstoff kommt das Gas aus der Sauerstoffflasche, läuft durch Druckminderer und wird direkt zu Anwärmspirale gerichtet.

Der Probekörper befindet sich zwischen 2 Filtersteinen und es ist mit einer Membrane und zwei Schlauchklemmen umhüllt. In der Triaxialzelle gibt es einen Stützdruck (immer größer als die Durchströmung), sodass das Gasgemisch immer durch den Probekörper anstatt außen vorbeifließt. Die Triaxialzelle und das Becherglas sind im Wärmeschrank mit der Temperatur von +60°C positioniert. Für Sicherheitsgründen wird die ozonreiche Druckluft separat gefiltert und mit dem Punktabzug und Ventilation abgeleitet. (Steiner, 2014b)

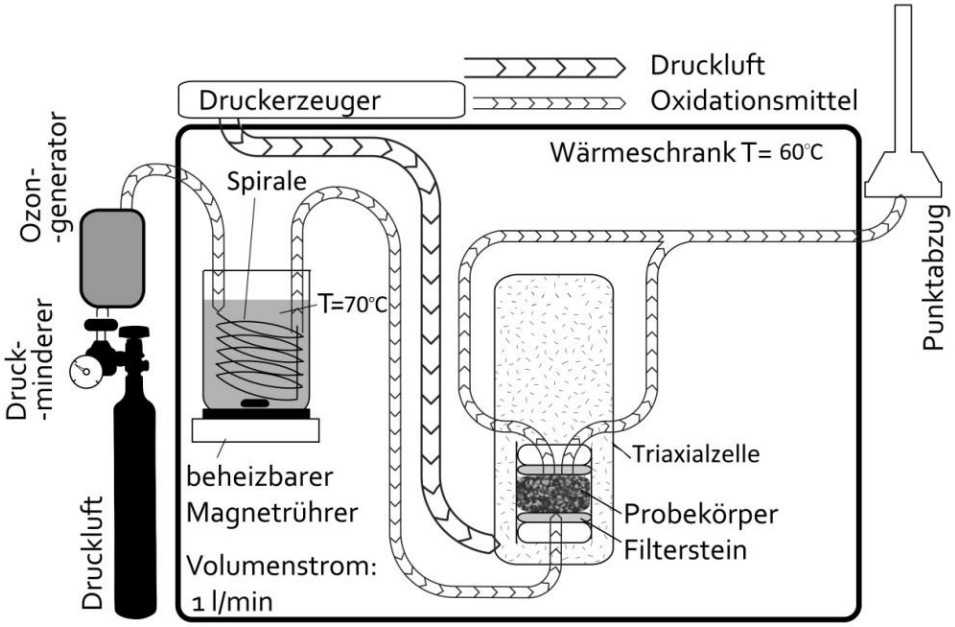


Abbildung 5.5: Schematische Darstellung der Durchströmung von Probekörper mit reaktiven Gasen (Beispiel – Ozon und Stickoxid angereicherte Druckluft) (Steiner, 2014b)

5.3.3.2 Utensilien und Versuchseinrichtungen (nach Steiner, 2014b)

Bei der Verwendung von reaktiven Gasen ist auf die entsprechende Beständigkeit der Versuchseinrichtungen gegenüber den Alterungsmedien zu achten.

1. Triaxialzelle – Der Asphaltprobekörper wird in die Triaxialzelle zwischen den außenliegenden Probekörperböcken, vier Filterpapieren und zwei Filtersteinen eingebaut. Der Probekörper wird in einer Membrane umhüllt und mit Schlauchklemmen oben und unten befestigt. Die Abbildungen 5.6 und 5.7 stellen die fertigen Probekörper dar. Am oberen Probekörperbock befinden sich zwei Ableitungsschläuche, welche das Gasgemisch von den durchströmten Probekörpern ableiten. Es wird Druckluft benutzt, um den Stützdruck aufzubauen. Die Probekörper wurden immer mit der offenporigeren Seite eingebaut, um bessere Durchströmung der Probekörper zu versichern. Die offenporigere Seite beschreibt die Oberseite, die bei Walzsegmentverdichtung entsteht.

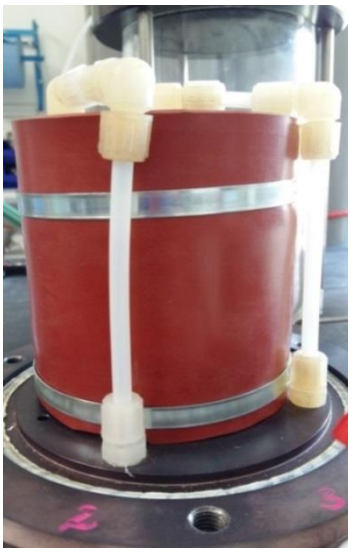


Abbildung 5.6 / Abbildung 5.7: Probekörper mit 2 Filterpapieren und 2 Filtersteinen / Probekörper mit der Membrane und 2 Stahlringen

2. Druckerzeuger – Zelldruck wird durch das Labordruckluftsystem aufgebaut und beträgt in allen Fällen zwischen 1,15 und 1,25 bar. Druckerzeuger nutzt Labordruckluftsystem und ist sowohl für Stützdruck der Druckzelle als auch für Durchströmung verantwortlich. Bei Durchströmung wird zusätzlich Druckminderer verwendet.

3. Drucksensor – Ist verantwortlich für Messen von Zelldruck oder Druck in den Durchströmungszuleitungen.

4. Druckminderer – Dient als Absicherung, um den maximal zulässigen Druck im Ozongenerator nicht zu überschreiten und reguliert den Durchströmungsdruck.

5. Sauerstoffflasche – Sauerstoff für die Versuche kommt aus der Stahlflasche mit Rauminhalt von 50 Liter des Unternehmens Linde AG. Sauerstoff in der Flasche beweist 99,95% Reinheit. Der Fülldruck bei 15°C beträgt am Anfang ca. 200 bar mit Füllmenge von 10 m^3. Für die Versuche wurden zwei volle Flaschen verwendet.

6. Ozongenerator - Reichert Sauerstoff mit Ozon an. Die Abbildung 5.8 zeigt die maximale Ozonleistung von ANSEROS Ozongenerator bei Sauerstoffdurchfluss (in dieser Arbeit mit Druckluft als Ausgangsmedium verwendet). Für alle Probekörper, bei denen Ozon als Oxidationsmittel benutzt wurde, wurde die maximale Ozonleistung von 100% verwendet.

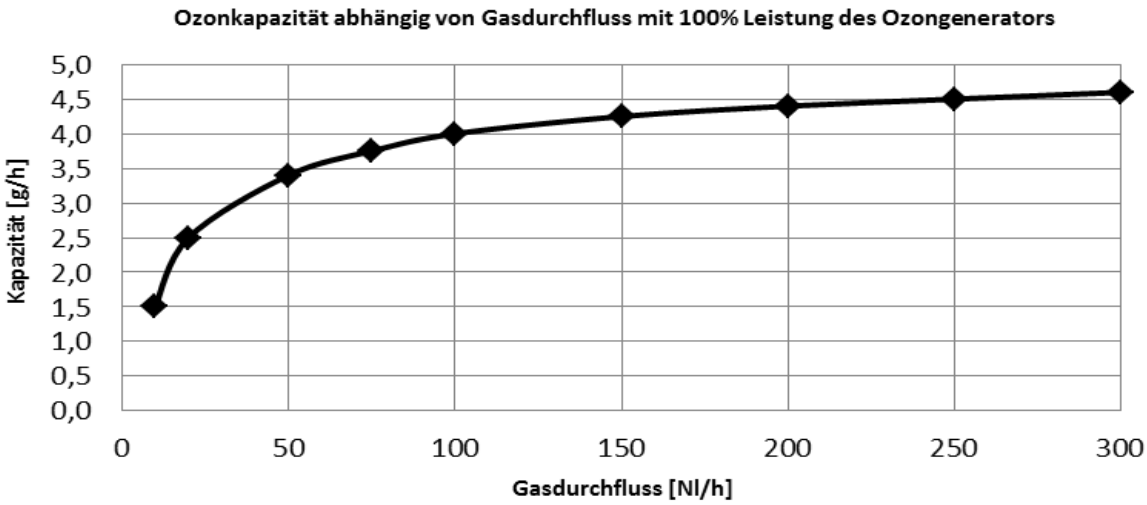


Abbildung 5.8: Ozonleistung in Abhängigkeit des Sauerstoffdurchflusses bei 100% Geräteleistung (gemäß ANSEROS, 2009)

7. Magnetrührer mit Becherglas und Schlauchspirale – Das Rapsöl, das sich in dem Becherglas befindet, wird durch die Wärmeplatte des Magnetrührers auf circa 70°C erhitzt. Die Schlauchspirale ist vom Öl umhüllt. Das Gasgemisch (Ozon mit Stickoxide, Luft oder Sauerstoff) vor der Alterung des Probekörpers fließt durch die Anwärmspirale, wo es mit der Hilfe von Rapsöl erwärmt wird. Dieser Prozess soll eine größere Reaktivität hervorrufen. Abbildung 5.9 zeigt die Anwärmspirale mit dem Magnetrührer und Becherglas.

Abbildung 5.9: Anwärmspirale mit Magnetrührer und Becherglas benutzte in den Alterungsversuchen mit VAPro

8. Membrane jeweils mit der Höhe von 120 mm – diese ozonbeständige Membrane muss nach jedem Versuch mit Ozon als Durchströmungsmedium ausgewechselt werden. Die Membrane mit ~100 cm Durchmesser musste mit den Schlauchklemmen verwendet werden, um die entsprechende, volle Dichtheit des Probekörpers zu gewährleisten.

9. Andere Hilfsmittel:
   - Zwei Filtersteine mit dem Durchmesser von 100mm.
   - Vier Filterpapiere mit dem Durchmesser von 100mm .
   - Zwei Schlauchklemmen mit Durchmesserregulation, um die Membrane dicht mit der Probe, Filtersteinen, Filterpapieren und Probekörperböcken zu verbinden.
   - Gummidichtungen für Druckzelle – sind mit Teflonband für bessere Dichtheit verstärkt.

Die oben beschriebenen Versuchseinrichtungen und Utensilien sind in Abbildung 5.10 dargestellt.

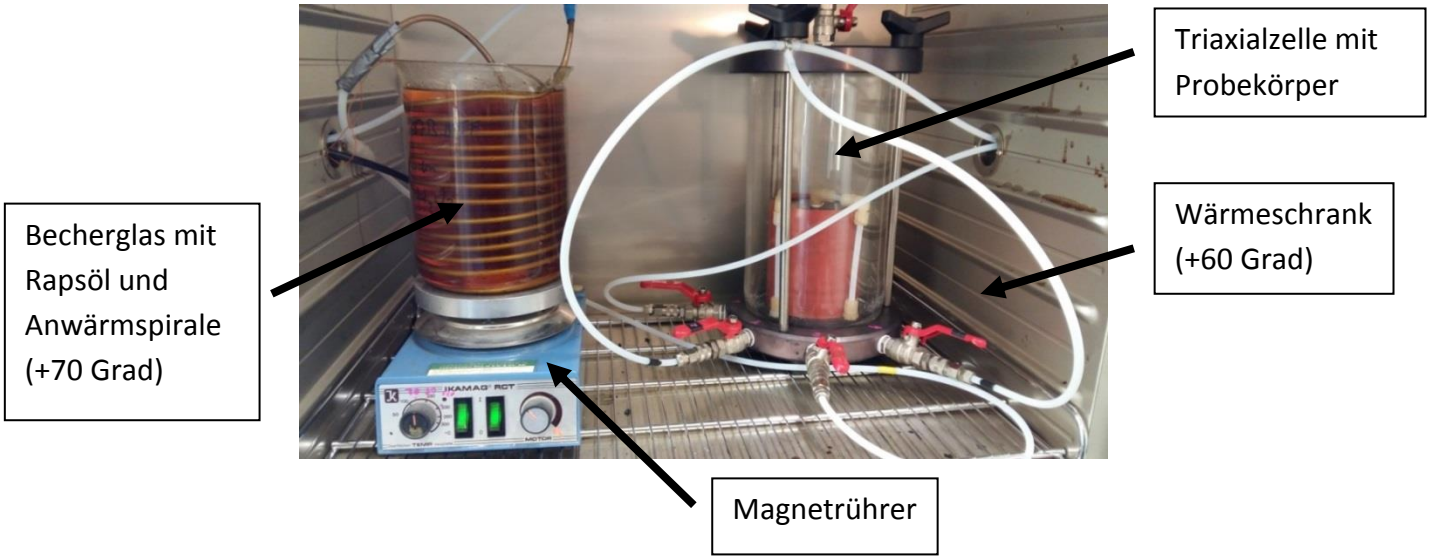


Abbildung 5.10: Versuchsaufbau im Wärmeschrank

5.3.3.3 Gewählte Versuchsparameter

Für alle Probekörper wurden die gleichen Versuchsparameter wie z.B. die Temperatur des Wärmeschrankes, die Temperatur des Öls im Ölbad bzw. der Volumenstrom des Durchflusses basierend auf den früheren Versuchen der VAPro - Alterung und den unterschiedlichen Publikationen gewählt. Die Temperatur des Wärmeschrankes betrug 60°C, wobei sie einen großen Einfluss auf die Geschwindigkeit der chemischen Reaktionen und das Verhältnis zwischen thermischer und oxidativer Alterung hat. Das Rapsöl mit der Temperatur von 70°C wurde als Heizmedium benutzt. Die gewählte Öltemperatur gewährleistet eine geeignete Reaktionsgeschwindigkeit. Das Ozongerät wurde für alle Versuche, die Ozon als Durchströmungsmedium verwenden, mit maximaler Leistung von 100% eingestellt. Als

Ausgangsmedium der Durchströmung wurde entweder technisch reiner Sauerstoff aus der Gasflasche oder atmosphärische Luft aus der Labordruckluftversorgung verwendet.

Ein wichtiger Aspekt von diesem Teil der Arbeit ist der Hohlraumgehalt der Probekörper. Proben haben die anderen Raumdichten, die direkt die Durchlässigkeit der Asphaltprobekörper beeinflussen. Der Durchströmungsdruck wird mithilfe des Druckminderers für jeden Probekörper separat eingestellt, um einen konstanten Volumenstrom von 1L/Min zu erhalten. Der Wert des Durchströmungsdruckes muss immer niedriger als Stützdruck in der Triaxialzelle sein. Vor den Alterungsversuchen mussten alle Proben mit den Hohlraumgehältern zwischen 5,0 Vol.-% und 6,0 Vol.-% in Bezug auf ausreichende Durchlässigkeit zusätzlich geprüft werden.

5.4 Prüfprogramm

Für die Alterungsversuche wurden insgesamt sieben Platten mit 56 Probekörpern vorbereitet. Aus jeder Platte wurden acht Proben ausgebohrt. Aus allen 56 Probekörpern wurden acht Proben mit Hohlraumgehältern zwischen 5,5 Vol.-% und 7,5 Vol.-% (nach Verfahren B) für die Alterungsversuche gewählt. Alle Proben mit Hohlraumgehältern kleiner als 5,0 Vol.-% wurden sofort wegen der ungenügenden Durchlässigkeit ausgeschlossen. Die ausreichende Durchlässigkeit der Probekörper mit Hohlraumgehältern zwischen 5,0 und 6,0 Vol.-% wurde geprüft. Die Proben mit Hohlraumgehältern kleiner als 5,5 Vol.-% haben nach der Überprüfung eine zu große Dichtheit für die entsprechende Durchströmung ergeben.

Das Prüfprogramm umfasst acht Alterungsversuche mit vier unterschiedlichen Alterungsmedien:

- Sauerstoff
- Ozonangereicherter Sauerstoff
- Druckluft
- Ozonangereicherte Druckluft

Die gewählten Alterungsprobekörper, die in der Tabelle 5.5 dargestellt wurden, wurden in 2 Gruppen geteilt. Gruppe 1 enthält die Proben mit den Hohlraumgehältern von 6,5 Vol.-% bis 7,5 Vol.-% (grüne Farbe) und Gruppe 2 umfasst die Proben mit den Hohlraumgehältern 5,5 – 6,5 Vol.-% (in der Tabelle 5.5 rot markiert). Für jedes Alterungsmedium wurde eine Probe aus jeder Gruppe gewählt. In diesem Teil der Masterarbeit wurde meistens der Einfluss des Alterungsmediums auf die Bitumensteifigkeit geprüft. Tabelle 5.5 zeigt die wichtigsten Informationen über die gewählten Probekörper.

Tabelle 5.5: Alterungsprobekörper

Probekörper-nummer	Hohlraumgehalt Verfahren B [V%]	Alterungsmedium	Zeit in Tagen	Bitumen Code
E898A	6,95	Sauerstoff	3	B637C_LO2_V1
E897D	5,89	Sauerstoff	3	B637C_LO2_V2
E901F	6,60	Ozonangereicherte Druckluft	3	B637C_LO3air_V1
E901B	6,09	Ozonangereicherte Druckluft	3	B637C_LO3air_V2
E902H	6,67	Ozonangereicherter Sauerstoff	3	B637C_LO3_V1
E898G	6,05	Ozonangereicherter Sauerstoff	3	B637C_LO3_V2
E902E	7,46	Druckluft	7	B637C_LLuft_V1
E898C	5,78	Druckluft	7	B637C_LLuft_V2

Die Probekörper mit Druckluft als Alterungsmedium wurden sieben Tage gealtert. Alle anderen Versuche haben drei Tage gedauert. Bei Bitumenproben existieren Laborintercodes, die für die Laborarbeiten entwickelt wurden, um die Proben einfach zu unterscheiden, zu klassifizieren und zu beschreiben z.B. *B637C_LO2_V1*. „B637“ steht für den Bitumentyp, „C“ beschreibt die Langzeitalterung, „L“ steht für die Laboralterung mit „O2“ also mit reinem Sauerstoff als Alterungsmedium und „V1“ informiert über den ersten Versuch. Mögliche Laborcodes für die laborgealterten Bitumen sind in der Tabelle 5.6 gezeigt.

Tabelle 5.6: Laborcode der laborgealterten Bitumen (nach Steiner, 2014b)

Laborcode	Alterungszustand	Laboralterung	Methode
BXXX	A		
	B		RTFOT
	C	L	PAV
			O2
			O3
			Luft
			O3air

BXXX – Bitumen Laborcode
A – Frischbitumen
B – Kurzzeitalterung
C – Langzeitalterung
L – Laboralterung
RTFOT – Roll Thin Film Oven Test
PAV – Pressure Aging Vessel
O2 – Alterung mit reinem Sauerstoff
O3 – Alterung mit ozonangereichertem Sauerstoff
Luft – Alterung mit Druckluft
O3air – Alterung mit ozonangereicherter Druckluft

5.5 Ergebnisse und Diskussion

5.5.1 Veränderung der Materialeigenschaften von Bitumen

Nach den Versuchen der Alterung an den Asphaltprobekörpern, wurde das Bitumen aus den Probekörpern rückgewonnen, um die Veränderung der Eigenschaften des Bitumens vor und nach der Alterung zu vergleichen. Die Abbildung 5.11 zeigt die Veränderung des komplexen Schubmoduls |G*| des gealterten Bitumens im Vergleich zu dem nicht gealterten Zustand für die unterschiedlichen Durchströmungsmedien. Mit jedem Alterungsmedium wurden zwei verschiedene Probekörper aus zwei anderen Gruppen geprüft. Beide Ergebnisse des DSR Versuchs bei der Temperatur von +46°C und Frequenz von 1,592Hz wurden für jedes Durchströmungsmedium zu Mittelwerten zusammengefasst, um die Veränderung des komplexen Schubmoduls je nach Alterungsmedium vor und nach der Alterung zu vergleichen. Die Resultate wurden mit den Ergebnissen der Kurzzeitalterung im Labor mit Rolling Thin Film Oven Test (B637B_LRTFOF) und Langzeitalterung mit Pressure Aging Vessel (B637C_LPAV) gegenübergestellt.

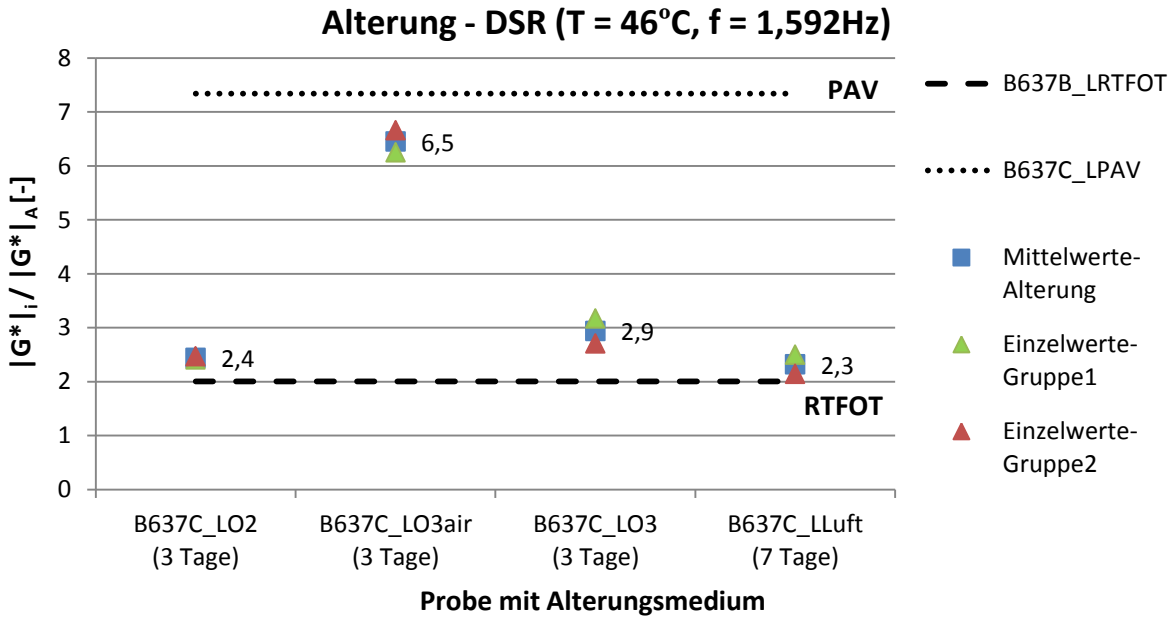


Abbildung 5.11: Veränderung des komplexen Schubmoduls |G*| als Verhältnis zwischen laborgealtertem Bitumen und Frischbitumen in Abhängigkeit von dem Durchströmungsmedium

Die Versuchsergebnisse stellen die Zunahme des komplexen Schubmoduls bezogen auf den nicht gealterten Zustand. Der Faktor beträgt mehr als sieben für die Simulationsmethode der Langzeitalterung im Labor mit RTFOT + PAV und kann gut mit den Resultaten der Durchströmung mit ozonangereicherter Druckluft verglichen werden. Die Alterung mit Sauerstoff oder mit ozonangereichertem Sauerstoff bringt eine Zunahme des komplexen Schubmoduls im Bereich zwischen zwei und drei. Die Ergebnisse sind nur unwesentlich

größer als jene der Kurzzeitalterung im Labor mit RTFOT. Die Laboralterung mit reiner Luft, die sieben Tage gedauert hat, bringt ungefähr eine zweifache Zunahme des komplexen Schubmoduls. Diese Werte sind mit Kurzzeitalterung im Labor mit RTFOT und den Ergebnissen der Durchströmung mit reinem Sauerstoff vergleichbar. Der Hohlraumgehalt beeinflusst die Ergebnisse nicht deutlich. Zwischen den Werten von beiden Gruppen für jedes Alterungsmedium sind die Unterschiede der einzelnen Ergebnisse gering.

Der Phasenverschiebungswinkel gibt Auskunft über den Anteil der elastischen bzw. viskosen Eigenschaften des Bitumens und nimmt mit der Alterung ab. Die DSR Ergebnisse wurden als Differenz zwischen Phasenverschiebungswinkel des Bitumens nach der Alterung und des Frischbitumens in der Abbildung 5.12 dargestellt. Als Vergleichswerte dienen die Ergebnisse der Kurzzeitalterung mit RTFOT und der Langzeitalterung RTFOT + PAV.

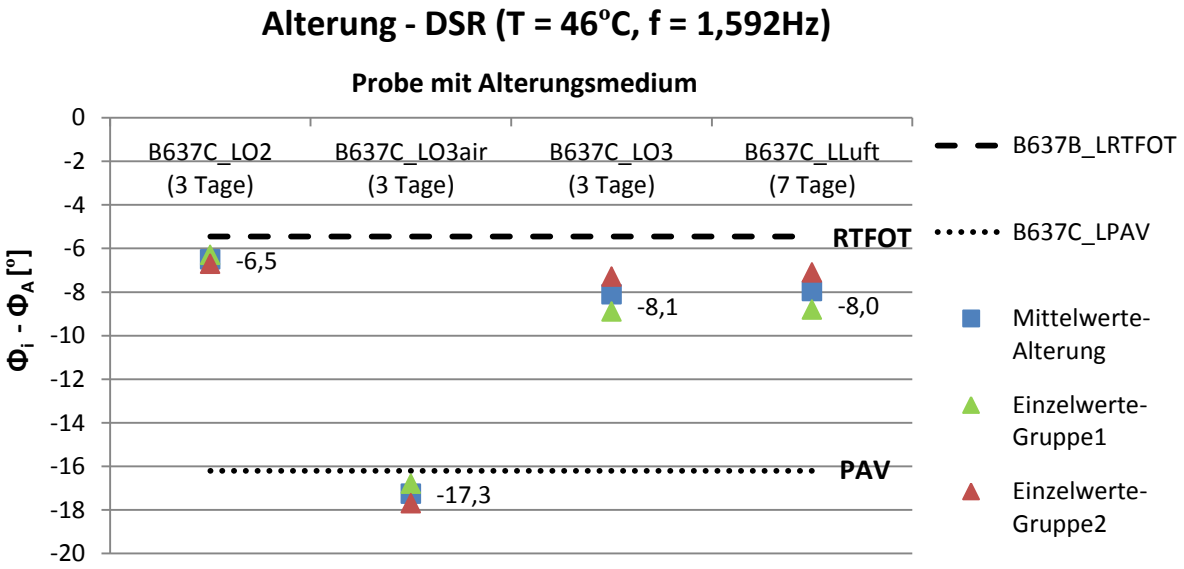


Abbildung 5.12: Veränderung des Phasenwinkels Φ als Differenz zwischen laborgealtertem Bitumen und Frischbitumen in Abhängigkeit von Durchströmungsmedium

Die größte Differenz des Phasenverschiebungswinkels von 16-17 Grad ist bei der Langzeitalterung mit der ozonangereicherten Druckluft und PAV zu beobachten. Die Durchströmung mit Druckluft, Sauerstoff bzw. ozonangereichertem Sauerstoff beweist die ähnlichen Ergebnisse wie Kurzzeitalterung mit RTFOT. In diesen Fällen beträgt die Änderung des Phasenverschiebungswinkels zwischen fünf und acht Grad. Die Abnahme des Phasenwinkels bedeutet eine Verminderung der viskosen Anteile und die Vergrößerung der elastischen Anteile des Bitumens und weist auf die Alterungsprozesse hin.

5.5.2 Durchströmung mit ozonangereicherter Druckluft – Herausforderungen und mögliche Schäden

Die Durchströmung mit Ozon als Alterungsmedium verursacht die Alterung nicht nur des Probekörpers aber auch der Einrichtungen des Versuchs. Alle Utensilien, die bei der Alterung mit Ozon als Durchströmungsmedium verwendet werden, müssen von den ozonbeständigen Materialien hergestellt werden. Andersfalls können die Schäden der Versuchseinrichtungen (Ventile, Druckzelle, Probekörperböcke, Membrane usw.) passieren. In meiner Projektarbeit von Jahr 2016 wurde ermittelt, dass die Latex - Trennmembrane nicht stabil gegenüber Ozon ist. Nach 4-Tage Alterung hatte die Membrane viele Löcher und die Dichtheit des Probekörpers wurde manchmal schon nach ein paar Stunden des Versuchs vermindert. Die neue Membrane wurde während der Zeit der Alterung mit Ozon in dieser Masterarbeit (drei Tage) immer ozonbeständig. Für die Sicherheit und Zuverlässigkeit von den folgenden Versuchen wurde die Membrane nach jedem Versuch mit Ozon gewechselt. Bei Versuchen mit Luft oder Sauerstoff wurde dieselbe Membrane mehrmals benutzt. Die Abbildung 5.13 zeigt die sichtlichen Schäden nach einem Versuch mit Ozon als Durchströmungsmedium. Die deutlichen Risse und die Verminderung der Qualität der Membrane sind im Platz der Verbindung des Probekörpers mit den Filtersteinen, Filterpapieren und Probekörperböcken sowohl oben als auch unten zu beobachten.

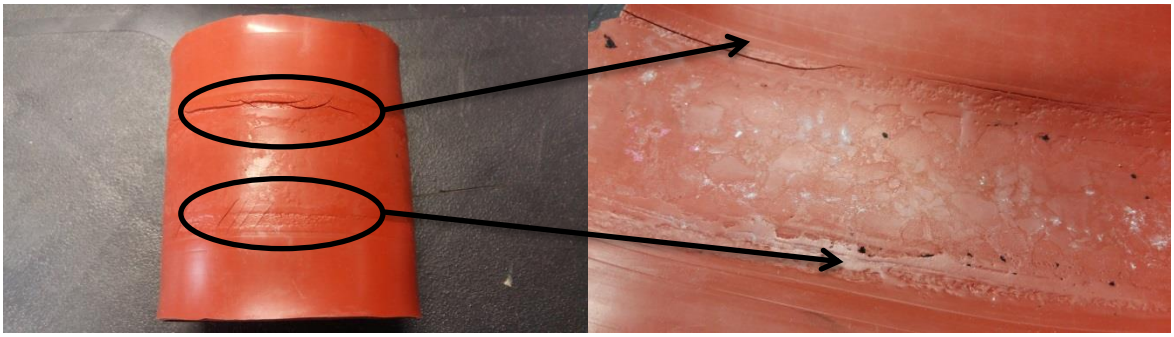


Abbildung 5.13: Die Schäden der Membrane nach einem Versuch mit der Ozonausnutzung

Das Ozon hat einen großen Einfluss auf die Filterpapiere. Sie sollen nach jedem Versuch gewechselt werden. Abbildung 5.14 stellt die Filterpapiere nach einem Versuch mit Ozon als Durchströmungsmedium dar. Die Filterpapiere unterer Seite der Probe sind mehr beschädigt als die Filter, die sich oben des Probekörpers befinden. Gleiches Benehmen gilt für die Filtersteine. Die mehrmalige Benutzung von denselben Filtersteinen bei der Ozonalterung schwächt ihre Festigkeit und kann zur Zerstörung führen (Abbildung 5.15).

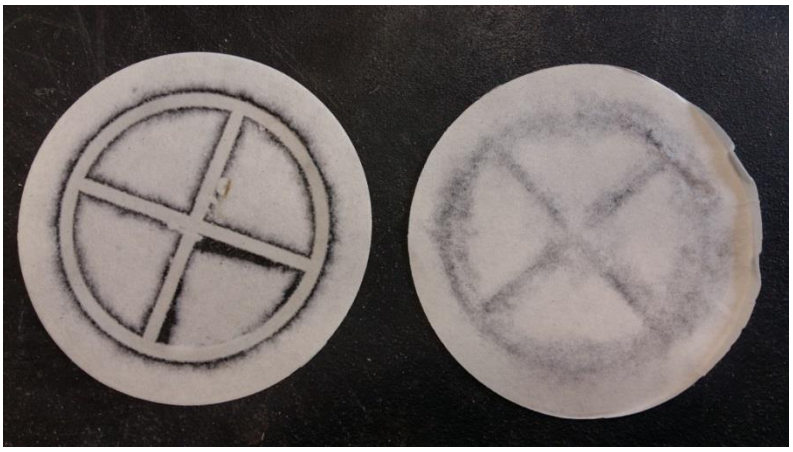


Abbildung 5.14: Die Schäden des Filterpapiers nach einem Versuch mit Ozon (links das Filterpapier unterer Seite des Probekörpers; rechts oberer Seite der Probe)

Abbildung 5.15: Die Schäden des Filtersteins nach mehrmaliger Alterung mit Ozon

Alle Schläuche, die mit Ozon in Kontakt stehen, müssen aus einem ozonbeständigen Material – PTFE (Polytetrafluorethylen = Teflon) hergestellt werden. Die Utensilien wie Filtersteine und Filterpapiere sollen nach jedem Versuch kontrolliert werden und bei der Beobachtung der Beschädigung sofort gewechselt werden. Die schädlichen Versuchseinrichtungen können zu den unzuverlässigen Ergebnissen führen. Bei den Versuchen mit Luft und Sauerstoff sowie bei den Zuführungsschläuchen mit der Druckluft können alle Schläuche aus PA (Polyamid) gefertigt sein.

5.6 Zusammenfassung

In früheren Versuchen von VAPro im Jahr 2014 wurde eine Validierung der Alterungsmethode bezüglich der oxidativen Alterung in Abgrenzung zur thermischen Alterung durchgeführt. Die Probekörper wurden einer thermischen Alterung in Stickstoffatmosphäre als Kontrolle der Ergebnisse unterzogen. Man konnte erkennen, dass eine Lagerung in Stickstoffumgebung keine Unterschiede zu einem Bitumen ohne Labor-Langzeitalterung darstellt. Daraus wurden die Schlussfolgerungen gezogen, dass primär die

oxidative Alterung passiert und dass die Temperatur des Wärmeschrankes keinen signifikanten Einfluss auf die Steifigkeitszunahme hat. (Steiner, 2014b)

Dieser Teil der Diplomarbeit umfasst die Versuche, um die Langzeitalterung im Labor effektiv zu simulieren. Die durchgeführten Untersuchungen zeigen, dass eine Alterungsmethode der Durchströmung der verdichteten Probekörper mit ozon- und stickoxidangereicherter Druckluft als einziges Alterungsmedium laut DSR Ergebnisse Potential darstellt. Mit Hilfe von VAPro kann im Labor in drei Tagen ein Alterungszustand des Bitumens vergleichbar mit dem Verfahren nach ÖNORM EN 14769 (PAV – Pressure Aging Vessel) erreicht werden. Diese Methoden erlauben, die Langzeitalterung des Bitumens in der Realität von ca. 10 Jahren in kürzerer Zeit effektiv im Labor zu simulieren. Zwischen beiden Methoden existieren jedoch starke Unterschiede in den Randbedingungen. VAPro verwendet die Versuchsparameter, die eine bessere Simulation der Prozesse, die im Feld über die Jahre stattfinden, umfassen. Der Druck und die Temperatur bei VAPro sind niedriger als bei PAV, was eine realitätsnahe Alterung simulieren kann.

Die gewählten Versuchseinrichtungen und Randbedingungen spielen eine große Rolle bei der effektiven Alterung. Die Temperatur des Wärmeschranks von 60°C, die Temperatur der Anwärmspirale von 70°C und die 3-tägige Alterungsdauer mit ozon- und stickoxidangereicherter Druckluft bringen zufriedenstellende Ergebnisse der Bitumenalterung. Bei VAPro findet vor allem die oxidative Alterung statt und deshalb vergrößert die Durchströmung der verdichteten Probekörper mit dem gasförmigen Oxidationsmittel die oxidativen Reaktionen.

Im Rahmen weiterer Forschungsarbeit ist auch anzudenken, wie die neue Alterungsmethode für nicht zylindrische Formen von Asphaltprobekörpern verwendet werden kann. In der Realität passieren die Oxidationsprozesse meist in den obersten Schichten der Asphaltaufbauten und manchmal können die Randbedingungen die Versuche auf den zylindrischen Probekörpern ausschließen.

Die Wiener Alterungsmethode soll standardisiert werden, um bei den gewählten und untersuchten Hauptparametern (wie die Temperatur des Wärmeschranks, die Temperatur der Anwärmspirale, die gewählten Utensilien und Versuchseinrichtungen, das Alterungsmedium und die Alterungsdauer) die weitere Entwicklung und Forschung zu gewährleisten. Wenn die neuen, fortgeschrittenen Versuche auf denselben Ausgangsgrößen basieren, können die Ergebnisse erfolgreich und zuverlässig verglichen werden.

6 Schlussfolgerungen und Ausblick

Für diese Arbeit wurden die Versuche durchgeführt, die die Auskunft über die Materialeigenschaften der Asphaltprobekörper und des Bitumens geben, um die Prozesse der Bitumenalterung zu optimieren und zu verbessern.

Die Massenspektrometrie und die Restgasanalyse erlauben, die Zusammensetzung der Ausgangsluft und des Gasgemisches, das als Alterungsmedium für die Alterungsversuche verwendet wird, richtig zu wählen, um die effiziente und effektive Simulation der Langzeitalterung im Labor zu gewährleisten. Mittels des Massenspektrometers, der mithilfe von Ionentrennung gemäß Massen-zu-Ladung-Verhältnis (m/z) arbeitet, erhält man als Resultat Massenspektren, die wichtigen Informationen über die Atome und Molekülen, deren Atommasse, Isotope usw. zeigen.

Mit Steifigkeitsversuchen an den Asphaltprobekörpern mithilfe des Spaltzug-Schwellversuchs (IT-CY) wurden der Einfluss der unterschiedlichen Parameter und die Bedeutung der Wiederholungsprüfungen auf die Asphaltproben ermittelt. Die Temperatur und der Hohlraumgehalt des Probekörpers beeinflussen die Änderung und die Größe des dynamischen Moduls. Die Prüffrequenzen sind auch für unterschiedliche Resultate verantwortlich. Bei der Wiederholungsprüfungen spielt die Temperatur eine bedeutsame Rolle: bei +20°C sind die Proben weicher und verformungsanfälliger und wenn Temperatur -20°C beträgt, ist die Veränderung der Steifigkeit gering (kleiner als 5%).

Die Simulation der Langzeitalterung im Labor zeigt, dass die Alterungsmethode, die die Durchströmung der verdichteten Probekörper mit ozon- und stickoxidangereicherter Druckluft als Alterungsmedium verwendet, das Potential darstellt. Mit Verwendung von VAPro (Viennese Aging Procedure) kann während drei Tagen ein Alterungszustand erreicht werden, der mit dem PAV - Verfahren (Pressure Aging Vessel) und einer Feldalterung von zehn Jahren vergleichbar ist. Die Methode braucht eine geeignete Standardisierung, um für die gewählten und geprüften Parameter, Verbesserungen und Optimierungen durchzuführen.

Diese Diplomarbeit zeigt die unterschiedlichen Aspekte der Langzeitalterung der Asphaltprobekörper im Labor und die Faktoren, die die Effizienz und Wirksamkeit des Prozesses bestimmen und gewährleisten. VAPro als eine Methode der Alterungssimulation des Bitumens bringt effektive Ergebnisse und ermöglicht den Anschluss an die Gruppe der existierenden und weltweit benutzten Methoden. Die Vorteile der Methode sind die realitätsnahen Versuchsbedingungen, wie die Temperatur und der Druck. Zu den Nachteilen gehören die hohen Anforderungen an Dichtheit des Systems und die Notwendigkeit der ozonbeständigen Versuchseinrichtungen und Utensilien. Bei der weiteren Forschung und Entwicklung ist auch zu untersuchen, wie die neue Alterungsmethode für nicht-zylindrischen Formen des Asphaltprobekörpers benutzt werden kann.

Literaturverzeichnis

ANSEROS Generator COM, 2009, *Allgemeine Bedienungsanleitung für die Ozongeneratoren COM-AD-01 und COM-AD-02.*

ANSEROS Generator COM, *Ozone Generator COM-AD-01 – Anseros Advanced Ozone Oxidation Technologies*. Tübingen, Deutschland.

Bank, M., 2007, *Basiswissen Umwelttechnik: Wasser, Luft, Abfall, Lärm und Umweltrecht*. Vogel. Würzburg, Deutschland.

Benedix, R., 2015, *Bauchemie. Einführung in die Chemie für Bauingenieure und Architekten. 6.Auflage.* SpringerVieweg. Leipzig, Deutschland.

Budzikiewicz, H., 1992, *Massenspektrometrie. Eine Einführung.* VCH Verlagsgesellschaft GmbH. Weinheim, Deutschland.

CEN, 2002, *EN 13043: Gesteinskörnungen für Asphalt und Oberflächenbehandlungen für Straßen, Flugplätze und andere Verkehrsflächen.* Brüssel, Belgien.

CEN, 2003, *EN 12967-8: Asphalt – Prüfverfahren für Heißasphalt – Teil 8: Bestimmung von volumetrischen Charakteristiken von Asphalt-Probekörpern.* Brüssel, Belgien.

CEN, 2007, *EN 12967-6: Asphalt – Prüfverfahren für Heißasphalt – Teil 6: Bestimmung der Raumdichte von Asphalt-Probekörpern.* Brüssel, Belgien.

CEN, 2010, *EN 12967-5: Asphalt – Prüfverfahren für Heißasphalt – Teil 5: Bestimmung der Rohdichte.* Brüssel, Belgien.

CEN, 2012, *EN 14769: Bitumen und bitumenhaltige Bindemittel – Beschleunigte Langzeit-Alterung mit einem Druckalterungsbehälter (PAV).* Brüssel, Belgien.

CEN, 2012, *EN 14770: Bitumen und bitumenhaltige Bindemittel – Bestimmung des komplexen Schermoduls und des Phasenwinkels – Dynamisches Scherrheometer (DSR)*. Brüssel, Belgien.

CEN, 2013, *EN 12967-3: Asphalt – Prüfverfahren für Heißasphalt – Teil 3: Rückgewinnung des Bindemittels: Rotationsverdampfer.* Brüssel, Belgien.

CEN, 2014, *EN 12607-1: Bitumen und bitumenhaltige Bindemittel – Bestimmung der Beständigkeit gegen Verhärtung unter Einfluss von Wärme und Luft – Teil 1: RTFOT-Verfahren*. Brüssel, Belgien.

CEN, 2016, *EN 12697-35: Asphalt – Prüfverfahren für Heißasphalt – Teil 35: Labormischung.* Brüssel, Belgien.

CEN, 2017, *EN 12697-33: Asphalt – Prüfverfahren für Heißasphalt – Teil 33: Probestückvorbereitung mittels Walzverdichtungsgerät.* Brüssel, Belgien.

Englert, N., 2000, *Ozon als Luftschadstoff.* Bundesgesundheitsblatt – Gesundheitsforschung – Gesundheitsschutz 43 (Seiten 487–492). Berlin, Deutschland.

FEHRL, 2006, *BitVal Phase 1 Report – Analysis of Available Data for Validation of Bitumen Tests.* Brüssel, Belgien.

Forschungsgesellschaft für Straßen- und Verkehrswesen (FGSV), Arbeitsgruppe Infrastrukturmanagement, 2009, *AL Sp - Asphalt 09. Arbeitsanleitung zur Bestimmung des Steifigkeits- und Ermüdungsverhaltens von Asphalten mit dem Spaltzug – Schwellversuch als Eingangsgröße in die Dimensionierung.* Forschungsgesellschaft für Straßen– und Verkehrswesen. Köln, Deutschland.

Gross, J., 2013, *Massenspektrometrie. Ein Lehrbuch.* Springer Spektrum. Heidelberg, Deutschland.

Hering, E., Birnbaum, H., 2007, *Grundwissen des Ingenieurs: mit 265 Tabellen.* Fachbuchverl. Leipzig im Hanser-Verl. München, Deutschland.

Hofko, B., 2016, *Baustoffe in Verkehrswegebau.* Vorlesungsunterlagen. Technische Universität Wien. Wien, Österreich.

Hofko, B., Hospodka, M., Eberhardsteiner, L., Blab, R., Füssl, J., Grothe, H., Handle, F., Großegger, D., 2014, *Aktuelle Erkenntnisse zum Alterungsverhalten von Bitumen und Asphalt*. Straße und Autobahn, 8 (2014), S. 591 - 597.

Hospodka, M., 2013, *Alterungsmechanismen von Bitumen und Simulation der Alterung im Labor.* Masterarbeit. Universität für Bodenkultur Wien. Wien, Österreich.

Hutschenreuther, J., Wörner T., 2010, *Asphalt im Straßenbau.* Kirschbaum Verlag. Bonn, Deutschland.

Kurzmann, G., 1993, *Ozonanwendung in der Wasseraufbereitung: Geschichte - Herstellung - Eigenschaften - Technologien - Reaktionen - Korrosion und Korrosionsschutz.* Ehningen bei Böblingen: Expert-Verlag.

Litzka, J., Strobl, R., Pass, F., Augustin, H., 1998, *Gebrauchsverhaltensorientierte Bitumenprüfung.* Mitteilungen des Instituts für Straßenbau und Straßenerhaltung TU - Wien. Heft 9. Technische Universität Wien. Wien, Österreich.

Müller, W., et al., 2002, *Gestrata Asphalt Handbuch.* Gestrata. Wien, Österreich.

Neroth, G., Vollenschaar D., 2011, *Wendehorst Baustoffkunde.* Vieweg + Teubner Verlag. Wiesbaden, Deutschland.

ONR (ON-Regel), 2010, *Erstprüfung von Asphaltmischgut Regeln zur Umsetzung der ÖNORM EN 13108-20:2009 – Empirischer Ansatz.*

Oxy3 Ozongeräte Produktion GmbH, *Bedienungsanleitung Oxy3*. Niklasdorf, Österreich.

Pfeiffer Vacuum GmbH, 2013, *The Vacuum Technology Book. Volume II. Know-how Book.* Aßlar, Deutschland.

Pfeiffer Vacuum GmbH, *OMNISTAR^{TM}, THERMSTAR^{TM}: Die effiziente Lösung für die Gasanalyse. Intelligente Software. Vielfältige Anwendungen.* Aßlar, Deutschland.

Read, J., Whiteoak, D., 2003, *The Shell Bitumen Handbook.* Thomas Telford. ISBN: 072773220X

Sandermann, H., 2001, *Ozon: Entstehung, Wirkung, Risiken.* C.H.Beck. München, Deutschland.

Soja, G., 2006, *In-situ-Anwendung chemischer Oxidationsmittel und Oxidationsverfahren.* Technische Grundlagen. Forschungsprojekt INTERLAND.

Steiner, D., 2014a, *Beiträge zur Entwicklung von Labor – Alterungsmethoden an Asphaltprobekörper.* Interdisziplinäre Seminararbeit. Technische Universität Wien. Wien, Österreich.

Steiner, D., 2014b, *Entwicklung und Optimierung einer Labor-Alterungsmethode für Asphaltprobekörper zur Simulation der Langzeitalterung und Bewertung der Alterungsbeständigkeit.* Masterarbeit. Technische Universität Wien. Wien, Österreich.

Steiner, D., Hofko, B., Hospodka, M., Handle, F., Grothe, H., Füssl, J., Eberhardsteiner, L., Blab, R., 2015, *Towards an optimized lab procedure for long-term oxidative aging of asphalt mix specimen.* International Journal of Pavement Engineering.

www.pfeiffer-vacuum.com (Zugriff: 29.08.2017)

www.chemguide.co.uk (Zugriff: 20.08.2017)

www.oxy3.at (Zugriff: 20.11.2017)

Abbildungsverzeichnis

Abbildung 2.1: Terminologie der Kohlenwasserstoff – Bindemittel (nach Neroth, 2011) 14

Abbildung 2.2: Mikro - mechanische Darstellung des kolloiden Systems des Bitumens (Hofko, 2014)..... 15

Abbildung 2.3: Messprinzipien für Nadelpenetration, Erweichungspunkt Ring und Kugel, Brechpunkt nach Fraaß (nach Neroth, 2011)..... 16

Abbildung 2.4: Messprinzip für die elastische Rückstellung von polymermodifiziertem Bitumen (nach Neroth, 2011)..... 17

Abbildung 2.5: Darstellung der Strukturalterung des Bitumens (Hofko, 2014)..... 18

Abbildung 2.6: Schematischer Verlauf der Bitumenalterung (nach Read, 2003) 19

Abbildung 2.7: Vorderansicht der Wärmekammer (nach EN 12607-1, 2014)..... 22

Abbildung 2.8: RTFOT - Quarzglasflaschen (Litzka, 1998)..... 22

Abbildung 2.9: Hauptprinzip der PAV - Methode (Litzka, 1998)..... 23

Abbildung 3.1: Total– und Partialdruckmessung (nach Pfeiffer Vacuum GmbH, 2013)..... 26

Abbildung 3.2: Isotopenmuster von Chlor und Brom (nach Gross, 2013)..... 27

Abbildung 3.3: Generelles Schema eines Massenspektrometers (nach Gross, 2013) 28

Abbildung 3.4: Die Ionisationskammer (gemäß www.chemguide.co.uk) 29

Abbildung 3.5: Pfeiffer Vacuum OmniStar Massenspektrometer 30

Abbildung 3.6: Vorderaussicht des Ozongenerators bei maximaler Leistung 31

Abbildung 3.7: Aufbau des Ozongeräts Oxy3..... 31

Abbildung 3.8: Chemische Struktur von Ozonmolekül (nach Benedix, 2015) 33

Abbildung 3.9: Die Messorte an VAPro (nach Steiner, 2014b) 36

Abbildung 3.10: Oxy3 – Ozongenerator mit und ohne Anwärmspirale, Werte für O_3 und NO_2 37

Abbildung 3.11: Oxy3 – Ozongenerator ohne Anwärmspirale, Werte für O_3 und NO_2, mit und ohne (für zwei Versuche) zusätzlicher Luftkühlung 38

Abbildung 3.12: ANSEROS COM – Ozongenerator ohne und mit Anwärmspirale (Temperatur 70 bzw. 90 Grad) für drei andere Versuche für O_3 und NO_2 Werte (andere Zahl der Anwärmspiralen) und Vergleich mit Oxy3 mit Anwärmspirale 39

Abbildung 3.13: Experimentelle Verwendung von zwei Anwärmspiralen 40

Abbildung 3.14: ANSEROS COM - Ozongenerator ohne und mit Anwärmspirale (Temperatur 70, 90 und 120 Grad) für O_3 und NO_2 Werte..... 40

Abbildung 3.15: ANSEROS COM – Ozongenerator mit Anwärmspirale (Temperatur 70 Grad) und Wärmeschrank (Temperatur 60 Grad) für drei Versuche, Werte für O_3 und NO_2 bei der Leistung des Ozongeräts 0-50% 42

Abbildung 3.16: ANSEROS COM – Ozongenerator mit Anwärmspirale (Temperatur 70 Grad) und Wärmeschrank (Temperatur 60 Grad) für drei Versuche, Werte für O_3 und NO_2 bei der Leistung des Ozongeräts 0-50% - Ozon Kurven auf den mittleren Wert von NO_2 normiert ... 42

Abbildung 3.17: ANSEROS COM mit Anwärmspirale (Temperatur 120 Grad) nach der Abschaltung des Ozongenerators, O_3 und NO_2 Werte 43

Abbildung 4.1: Darstellung der IST-Sieblinie mit Grenzbereichen 47

Abbildung 4.2: Darstellung der Platte (Steiner, 2014a) 48

Abbildung 4.3: Aufbau der Prüfmaschine (Steiner, 2014b) 50

Abbildung 4.4: Aufbau des Halterahmens zur Positionierung des Probekörpers und Messung der horizontalen Verformung 51

Abbildung 4.5: Richtige Einbaurichtung der Probekörper 51

Abbildung 4.6: Zugehörigkeit zu Gruppen (-20°C, 0°C, +20°C) 55

Abbildung 4.7: $|E^*|$ Modul in Bezug auf den Hohlraumgehalt nach Verfahren B bei +20°C .. 56

Abbildung 4.8: $|E^*|$ Modul in Bezug auf den Hohlraumgehalt nach Verfahren B bei 0°C 57

Abbildung 4.9: $|E^*|$ Modul in Bezug auf den Hohlraumgehalt nach Verfahren B bei -20°C ... 57

Abbildung 4.10: Veränderung der Steifigkeiten bei +20°C in Abhängigkeit von Hohlraumgehalt nach Verfahren B 58

Abbildung 4.11: Veränderung der Steifigkeiten bei 0°C in Abhängigkeit von Hohlraumgehalt nach Verfahren B 59

Abbildung 4.12: Veränderung der Steifigkeiten bei -20°C in Abhängigkeit von Hohlraumgehalt nach Verfahren B 59

Abbildung 4.13: Phasenwinkel in Bezug auf Hohlraumgehalt nach Verfahren B bei +20°C.... 61

Abbildung 4.14: Phasenwinkel in Bezug auf Hohlraumgehalt nach Verfahren B bei 0°C..... 61

Abbildung 4.15: Phasenwinkel in Bezug auf Hohlraumgehalt nach Verfahren B bei -20°C 62

Abbildung 4.16: Veränderung der Phasenwinkel bei +20°C in Abhängigkeit vom Hohlraumgehalt nach Verfahren B 63

Abbildung 4.17: Veränderung der Phasenwinkel bei 0°C in Abhängigkeit vom Hohlraumgehalt nach Verfahren B 63

Abbildung 4.18: Veränderung der Phasenwinkel bei -20°C in Abhängigkeit vom Hohlraumgehalt nach Verfahren B 64

Abbildung 4.19: Veränderung der dynamischen Module |E*| bei zweimaliger Prüfung bei +20°C für 1Hz, 5Hz und 10Hz 66

Abbildung 4.20: Veränderung der dynamischen Module |E*| bei zweimaliger Prüfung bei 0°C für 1Hz, 5Hz und 10Hz 66

Abbildung 4.21: Veränderung der dynamischen Module |E*| bei zweimaliger Prüfung bei -20°C für 1Hz, 5Hz und 10Hz 67

Abbildung 4.22: Veränderung der Phasenwinkel Φ bei zweimaliger Prüfung bei +20°C für die gewählten Frequenzen 1Hz, 5Hz und 10Hz 68

Abbildung 4.23: Veränderung der Phasenwinkel Φ bei zweimaliger Prüfung bei 0°C für die gewählten Frequenzen 1Hz, 5Hz und 10Hz 68

Abbildung 4.24: Veränderung der Phasenwinkel Φ bei zweimaliger Prüfung bei -20°C für die gewählten Frequenzen 1Hz, 5Hz und 10Hz 69

Abbildung 5.1: Darstellung der IST-Sieblinie mit Grenzbereichen 73

Abbildung 5.2: Platte – Platte Messsystem – DSR (Litzka, 1998) 74

Abbildung 5.3: Oszillationszyklus (1 Zyklus = A – B – A – C – A) (Litzka, 1998) 75

Abbildung 5.4: Visko – elastisches Verhalten des Bitumens (Litzka, 1998) 75

Abbildung 5.5: Schematische Darstellung der Durchströmung von Probekörper mit reaktiven Gasen (Beispiel – Ozon und Stickoxid angereicherte Druckluft) (Steiner, 2014b) 78

Abbildung 5.6 / Abbildung 5.7: Probekörper mit 2 Filterpapieren und 2 Filtersteinen / Probekörper mit der Membrane und 2 Stahlringen 79

Abbildung 5.8: Ozonleistung in Abhängigkeit des Sauerstoffdurchflusses bei 100% Geräteleistung (gemäß ANSEROS, 2009) 80

Abbildung 5.9: Anwärmspirale mit Magnetrührer und Becherglas benutzte in den Alterungsversuchen mit VAPro 80

Abbildung 5.10: Versuchsaufbau im Wärmeschrank 81

Abbildung 5.11: Veränderung des komplexen Schubmoduls |G*| als Verhältnis zwischen laborgealtertem Bitumen und Frischbitumen in Abhängigkeit von dem Durchströmungsmedium 84

Abbildung 5.12: Veränderung des Phasenwinkels Φ als Differenz zwischen laborgealtertem Bitumen und Frischbitumen in Abhängigkeit von Durchströmungsmedium 85

Abbildung 5.13: Die Schäden der Membrane nach einem Versuch mit der Ozonausnutzung 86

Abbildung 5.14: Die Schäden des Filterpapiers nach einem Versuch mit Ozon (links das Filterpapier unterer Seite des Probekörpers; rechts oberer Seite der Probe) 87

Abbildung 5.15: Die Schäden des Filtersteins nach mehrmaliger Alterung mit Ozon 87

Tabellenverzeichnis

Tabelle 3.1: Zusammensetzung der Luft auf der Höhe des Meeresspiegels (nach Hering, 2007) 32
Tabelle 4.1: Bitumenkenngrößen 46
Tabelle 4.2: Mischgutkerngrößen 46
Tabelle 4.3: Sieblinie des Asphaltmischguts mit Grenzwerten 47
Tabelle 4.4: Prüfbedingungen IT-CY für +20°C 52
Tabelle 4.5: Prüfbedingungen IT-CY für 0°C 52
Tabelle 4.6: Prüfbedingungen IT-CY für -20°C 52
Tabelle 5.1: Bitumenkenngrößen 72
Tabelle 5.2: Mischgutkerngrößen 72
Tabelle 5.3: Sieblinie des Asphaltmischguts mit Grenzwerten 72
Tabelle 5.4: Mögliche DSR Versuchsparameter 76
Tabelle 5.5: Alterungsprobekörper 83
Tabelle 5.6: Laborcode der laborgealterten Bitumen (nach Steiner, 2014b) 83

Anhang

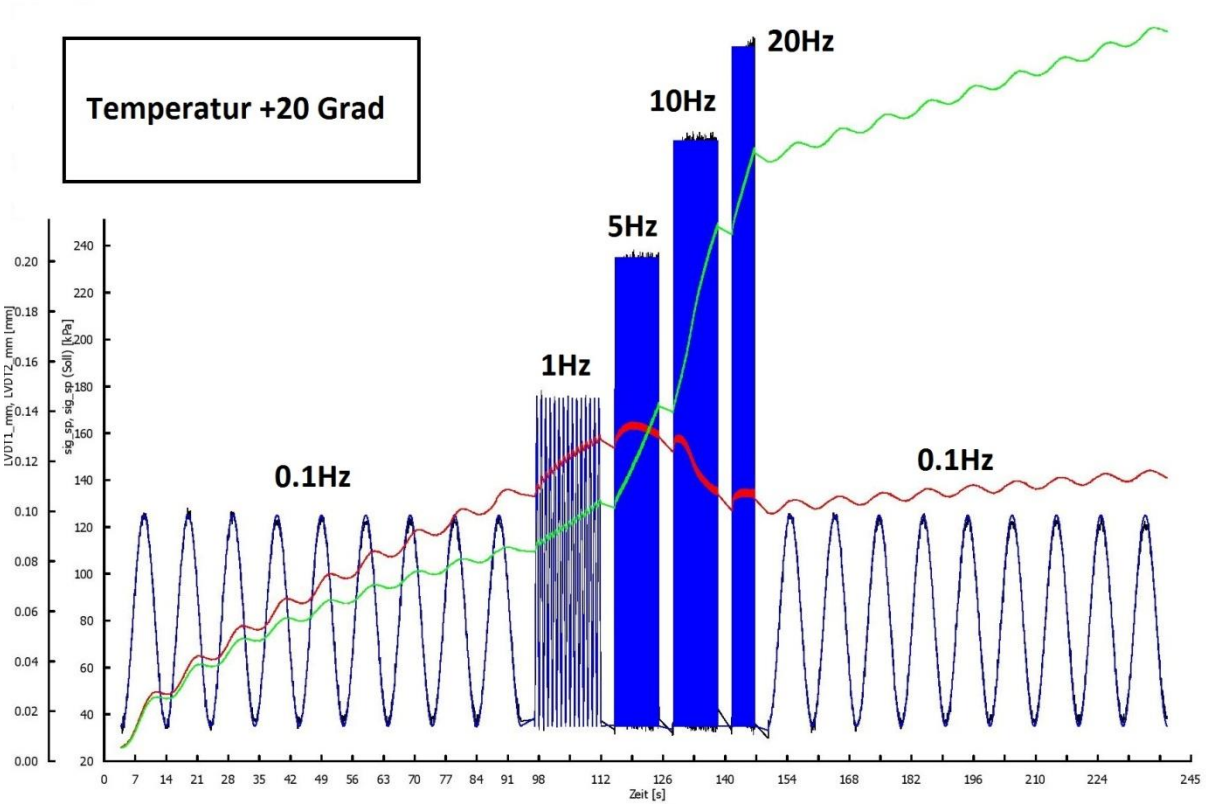


Abbildung A: Exemplarische Darstellung der Belastungsfunktion des Versuchs bei +20°C

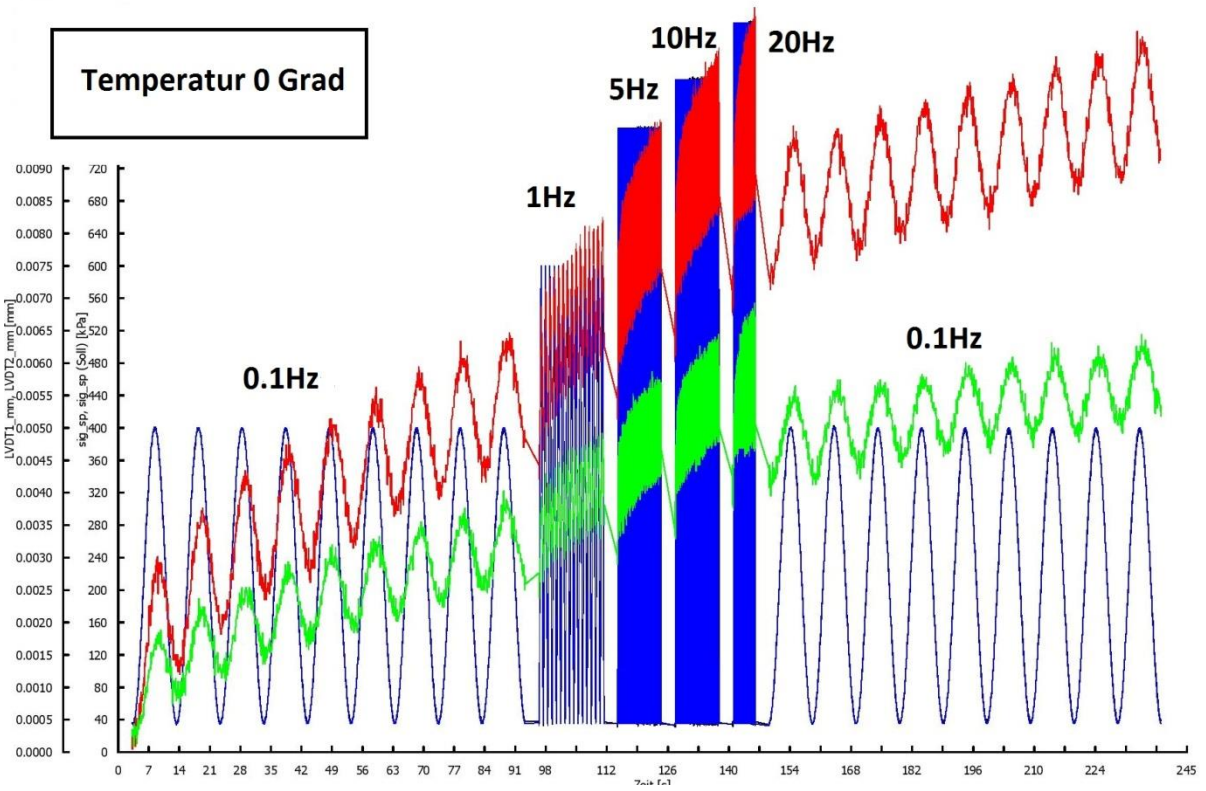


Abbildung B: Exemplarische Darstellung der Belastungsfunktion des Versuchs bei 0°C

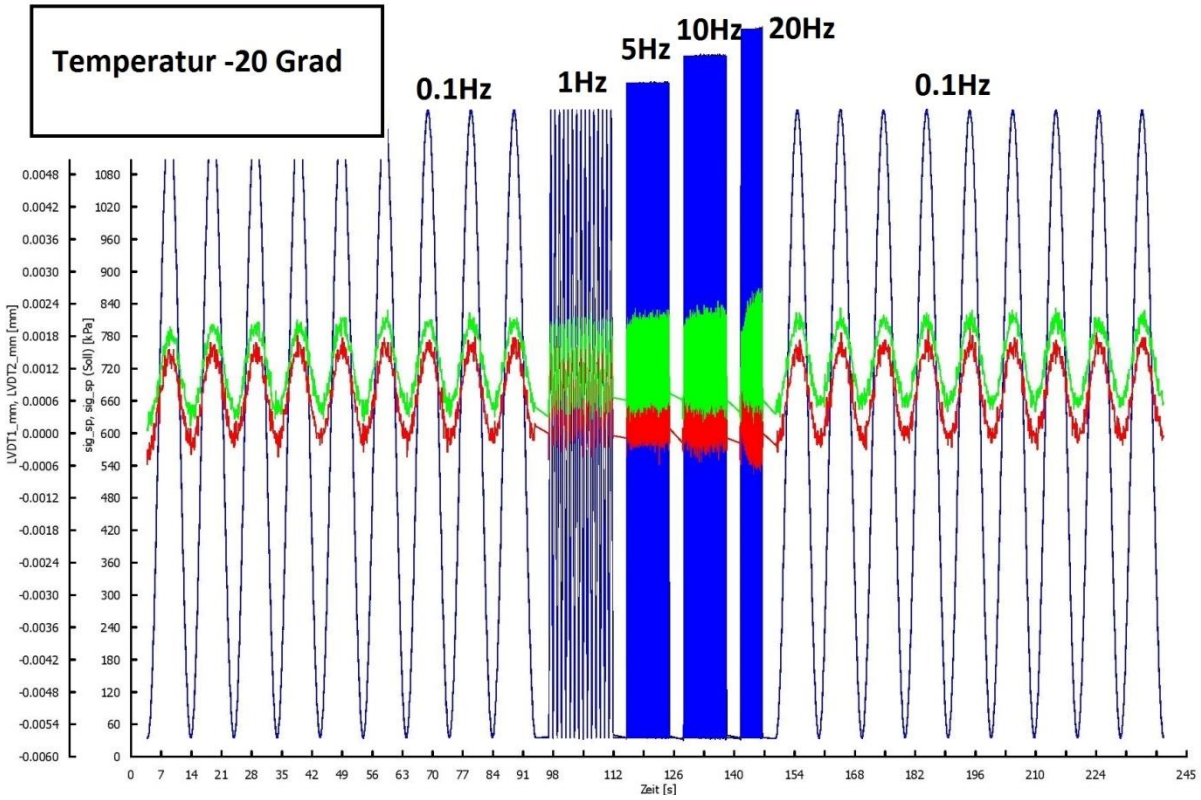


Abbildung C: Exemplarische Darstellung der Belastungsfunktion des Versuchs bei -20°C