Rahmenbedingungen für DSR-Messungen an Bitumen

Berichte der Bundesanstalt für Straßenwesen



Straßenbau Heft S 47

Rahmenbedingungen für DSR-Messungen an Bitumen

Optimierung der versuchstechnischen Rahmenbedingungen für die Durchführung und Auswertung performance-orientierter Bitumenuntersuchungen mittels Dynamischem Scher-Rheometer

von

Manfred Hase Carsten Oelkers

NORDLABOR GmbH für bautechnische Prüfungen Pinneberg

Berichte der Bundesanstalt für Straßenwesen

Straßenbau Heft S 47



Die Bundesanstalt für Straßenwesen veröffentlicht ihre Arbeits- und Forschungsergebnisse in der Schriftenreihe **Berichte der Bundesanstalt für Straßenwesen**. Die Reihe besteht aus folgenden Unterreihen:

- A Allgemeines
- B Brücken- und Ingenieurbau
- F Fahrzeugtechnik
- M- Mensch und Sicherheit
- S Straßenbau
- V Verkehrstechnik

Es wird darauf hingewiesen, dass die unter dem Namen der Verfasser veröffentlichten Berichte nicht in jedem Fall die Ansicht des Herausgebers wiedergeben.

Nachdruck und photomechanische Wiedergabe, auch auszugsweise, nur mit Genehmigung der Bundesanstalt für Straßenwesen, Referat Öffentlichkeitsarbeit.

Die Hefte der Schriftenreihe **Berichte der Bundesanstalt für Straßenwesen** können direkt beim Wirtschaftsverlag NW, Verlag für neue Wissenschaft GmbH, Bgm.-Smidt-Str. 74-76, D-27568 Bremerhaven, Telefon (04 71) 9 45 44 - 0, bezogen werden.

Über die Forschungsergebnisse und ihre Veröffentlichungen wird in Kurzform im Informationsdienst **BASt-Info** berichtet. Dieser Dienst wird kostenlos abgegeben; Interessenten wenden sich bitte an die Bundesanstalt für Straßenwesen, Referat Öffentlichkeitsarbeit.

Impressum

Bericht zum Forschungsprojekt 07.196/2001/BGB-V: Optimierung der versuchstechnischen Rahmenbedingungen für die Durchführung und Auswertung performance-orientierter Bitumenuntersuchungen mittels Dynamischem Scher-Rheometer

Projektbetreuung Silke Sielaff

Herausgeber

Bundesanstalt für Straßenwesen Brüderstraße 53, D-51427 Bergisch Gladbach Telefon: (0 22 04) 43 - 0 Telefax: (0 22 04) 43 - 674

Redaktion

Referat Öffentlichkeitsarbeit

Druck und Verlag

Wirtschaftsverlag NW Verlag für neue Wissenschaft GmbH Postfach 10 11 10, D-27511 Bremerhaven Telefon: (04 71) 9 45 44 - 0 Telefax: (04 71) 9 45 44 77 Email: vertrieb@nw-verlag.de Internet: www.nw-verlag.de

ISSN 0943-9331 ISBN 3-86509-581-X

Bergisch Gladbach, Oktober 2006

Kurzfassung – Abstract

Rahmenbedingungen für DSR-Messungen an Bitumen

Ziel des hier vorliegenden Forschungsvorhabens war es, die Prüfbedingungen für die Versuche im Dynamischen Scherrheometer so zu optimieren, dass die häufig in Deutschland verwendeten polymermodifizierten Bindemittel differenziert und plausibel auf ihre Gebrauchseigenschaften angesprochen werden und die rheologischen Kenngrößen der Bindemittel bestimmt werden können. Daher sollten die Prüfbeedingungen im DSR-Versuch möglichst vereinheitlich und diese in einer Arbeitsanleitung dokumentiert werden.

Anhand des Literaturstudiums wurden die bisher gewonnenen Kenntnisse und Erfahrungen mit dem DSR-Verfahren gesammelt und beurteilt. Des weiteren wurden an acht unterschiedlichen Bitumenarten / -sorten DSR-Versuche sowohl im Original- als auch im gealterten Zustand (RTFOT-Verfahren) durchgeführt. Über Vorversuche wurden die grundsätzlichen Rahmenbedingungen für den DSR-Versuch festgelegt und die Probenvorbereitung optimiert.

In den Oszillationsversuchen wurden die Deformation in drei Stufen, die Frequenz f in drei Stufen und die Temperatur T in vier Stufen systematisch variiert. Somit ergaben sich bei acht unterschiedlichen Bindemittelsorten im Original- und im gealterten Zustand insgesamt 576 verschiedene Varianten von Oszillationsversuchen. Wegen der Wiederholungsprüfungen (n = 3) verdreifachte sich die Versuchsanzahl auf insgesamt 1728 Oszillationsversuche. Die Durchführung der Kriechversuche wurde auch an den acht Original- und nach dem RTFOT-Verfahren gealterten Bindemittelsorten vorgenommen, wobei die Prüftemperatur T in drei Stufen und die Schubspannung τ in drei Stufen systematisch variiert wurden. Aufgrund der Wiederholungsprüfungen (n = 3) ergab sich somit eine Gesamtanzahl von 432 Kriechversuchen (144 Kriechversuchsvarianten).

Das bei den experimentellen Untersuchungen gewonnene Datenmaterial wurde unter Anwendung mathematisch-statistischer Methoden ausgewertet. Anhand von multiplen Varianzanalysen konnten die Stärken der einzelnen Einflussgrößen qualitativ ermittelt werden, wobei die Dominanz der systematischen gegenüber den zufälligen Einflüssen als sehr hoch ermittelt worden ist. Zur Quantifizierung des Einflusses einzelner Prüfbedingungen sowie der Ermittlung etwaiger Korrelationen zwischen der im DSR-Versuch ermittelten Kennwerten und konventionellen Bindemittelkenndaten wurden multiple Regressionsanalysen gerechnet.

Aus den gewonnenen Ergebnissen konnten die Rahmenbedingungen für die Durchführung und Auswertung von Oszillations- und Kriechversuchen abgeleitet werden. Demnach sollten Oszillationsversuche bei einer Prüftemperatur von T = 50 °C, einer Frequenz von f = 1,59 Hz und einer Deformation von d = 6 % durchgeführt werden. Für die Kriechversuche ergaben sich die optimalsten Versuchsbedingungen bei einer Temperaturstufe von T = 50 °C und einer Schubspannungsstufe von τ = 500 Pa.

Unter Berücksichtigung der vorgeschlagenen Versuchsbedingungen konnte durch Darstellung der rheologischen Kenngrößen Phasenverschiebungswinkel δ und kom-

plexer Schubmodul G* in einem Black- Diagramm nachgewiesen werden, dass die untersuchten acht Original- und gealterten Bindemittelsorten sich in ihrem rheologischen Verhalten recht gut voneinander trennen lassen und somit eine objektivere Beurteilung des rheologischen Verhaltens der untersuchten polymermodifizierten Bindemittel möglich ist. Für die aus Kriechversuchen ermittelten Kenngrößen konnte kein eindeutiges Kriterium zur Unterscheidung des rheologischen Verhaltens der untersuchten Bindemittelsorten herausgearbeitet werden.

Basic conditions for DSR-measurements on bitumen

The aim of this research work was to optimize the testing conditions of the Dynamic Shear Rheometer so that the range of unmodified road bitumen and polymer modified bitumen produced for the german market can be tested on their rheological properties and evaluated differentiated and plausible on their performance. For this purpose the testing conditions of the DSR were to standardize and document in a working procedure.

The current state of knowledge and experience was investigated and evaluated by a literature study. The oscillation tests were carried through at eight different binders in original and RTFOT short-time aged state. In a first phase the general conditions of testing were layed down and the preparation of test specimen was optimized.

Testing conditions were systematically varied in the parameters deformation (three-fold), frequency (threefold) and temperature (fourfold), so that with eight different binders in original and aged state 576 different variations were oscillatory tested. Due to repetitions (n = 3) there was a data base of 1728 tests.

Creep tests were carried through at the same eight different binders in original and RTFOT aged state at three temperatures and three shear stresses. With repetitions (n = 3) this summed up to 432 creep tests (144 variations of creep tests).

The data determined in the experimental investigations was analyzed with help of mathematical-statistical methods. By multiple variance analysis the influences of the testing parameters could be determined qualitatively and the dominance of the systematic versus the random influences could be prooved as very high. For the quantification of the influence of the respective testing conditions and in search for correlations between the characteristics determined in the DSR and conventionally won binder data multiple regression analysis was carried through.

From the results the testing conditions for the measurement and interpretation of oscillation and creep tests could be derived. Accordingly oscillation tests should be carried through at a testing temperature T = 50 °C, a frequency f = 1,59 Hz and a deformation d = 6 %. For creep tests the optimal testing conditions were found at a temperature T = 50 °C and a shear stress τ = 500 Pa.

The rheological characteristics phase angle δ and complex shear modulus G^{*} that were determined at the recommended testing conditions were represented in a BLACK-diagram. This diagram showed that the eight original and RTFOT-aged binders can be differentiated well in their rheological behaviour and that a more objective evaluation of the rheological behaviour of the tested polymer modified bitumen is

possible. For the characteristics determined in creep tests there could be found no definite criterium for the differentiation of the rheological behaviour of the tested binders.

Gliederung

1.	Einleitung und Aufgabenstellung	1
2.	Optimierung der versuchstechnischen Rahmenbedingungen für die Durchführung und Auswertung performance-orientierter Bitumenuntersuchungen mittels Dynamischem Scher-Rheometer	4
2.1 2.1.1 2.1.1.1 2.1.1.2 2.1.1.3 2.1.2 2.1.2.1 2.1.2.1 2.1.2.2 2.1.3	Untersuchungsmethodik Untersuchungsverfahren Oszillationstests Kriechtests Alterung von Bindemitteln nach dem RTFOT-Verfahren Auswahl und Eigenschaften der untersuchten Bindemittel Allgemeines Bestimmung der konventionellen Kenndaten der Bindemittel Probenvorbereitung für die Durchführung der Oszillations- und	4 4 4 5 6 6 10
2.1.4 2.1.4.1 2.1.4.2 2.1.4.2.1 2.1.4.2.2	Kriechversuche Statistische Auswertungsverfahren Varianzanalysen Einfache Regressionsanalysen Multiple lineare Regressionsanalysen	12 12 12 13 13
2.2 2.2.1 2.2.2 2.2.3	Versuchsdurchführung und Ergebnisse Versuchsdurchführung Ergebnisse der Oszillationsversuche Ergebnisse der Kriechversuche	16 16 19 20
2.3 2.3.1 2.3.1.1. 2.3.1.1.1 2.3.1.1.1	Auswertung und Interpretation der Versuche Multiple Varianzanalysen Oszillationsversuche an Originalbindemitteln (nicht gealtert) Varianzanalyse der vierfachen Klassifikation (Bindemittelsorte, Temperatur, Frequenz, Deformation) für die Merkmalsgrößen δ, G* Varianzanalyse der dreifachen Klassifikation (Bindemittelsorte, Frequenz, Deformation) für die Merkmalsgrößen δ, G*	31 31 31 31 35
2.3.1.1.3	in Abhängigkeit von der Temperatur T Varianzanalyse der dreifachen Klassifikation (Temperatur, Frequenz, Deformation) für die Merkmalsgrößen δ, G* der acht untersuchten Bindemittelsorten	41
2.3.1.1.4	Varianzanalyse der zweifachen Klassifikation (Frequenz, Deformation) für die Merkmalsgrößen δ, G* der acht untersuchten Bindemittelsorten in Abhängigkeit von der Temperatur T	43
2.3.1.2 2.3.1.2.1	Oszillationsversuche an gealterten Bindemitteln (RTFOT-Verfahren) Varianzanalyse der vierfachen Klassifikation (Bindemittelsorte, Temperatur, Frequenz, Deformation) für die Merkmalsgrößen δ, G*	48 48
2.3.1.2.2	Varianzanalyse der dreifachen Klassifikation (Bindemittelsorte, Frequenz, Deformation) für die Merkmalsgrößen δ, G*	50
2.3.1.2.3	Varianzanalyse der dreifachen Klassifikation (Temperatur, Frequenz, Deformation) für die Merkmalsgrößen δ , G* der acht gealterten Bindemittelsorten Varianzanalyse der zweifachen Klassifikation (Frequenz, Deformation)	55 57
2.3.1.2.4	für die Merkmalsgrößen δ , G* der acht gealterten Bindemittelsorten in Abhängigkeit von der Temperatur T Finfluss der Alterung auf die Ergebnisse der Oszillationsversuche	57 62
2.3.1.3.1	Varianzanalyse der vierfachen Klassifikation (Alterung, Bindemittelsorte, Frequenz, Deformation) für die Merkmalsgrößen δ, G* in	62
2.3.1.4	Kriechversuche an den acht Original- und nach dem RTFOT-Verfahren gealterten Bindemittelsorten	65

2.3.1.4.1	Varianzanalyse der vierfachen Klassifikation (Alterung, Bindemittelsorte, Schubspannung, Temperatur) für die Merkmalsgrößen Viskosität und Kriechdehnung bei t = 0.062 s. t = 180 s. nach einer Kriecherholungsdauer von t = 600 s	65
2.3.1.4.2	Varianzanalyse der dreifachen Klassifikation (Alterung, Bindemittelsorte, Schubspannung) für die Merkmalsgrößen Viskosität und Kriechdehnung bei t = 0,062 s, t = 180 s, nach einer Kriecherholungsdauer von t = 600 s in Abhängigkeit von der Temperatur T	68
2.3.1.4.3	Varianzanalyse der zweifachen Klassifikation (Schubspannung, Temperatur T) der acht Originalbindemittelsorten und gealterten Bindemittelsorten für die Merkmalsgrößen Viskosität und Kriechdehnung bei t = 0,062 s, t = 180 s, nach einer Kriecherholungsdauer von t = 600 s	70
2.3.2 2.3.2.1	Regressionsanalysen an Originalbindemitteln und gealterten Bindemitteln Oszillationsversuche	76 76
2.3.2.1.1	Regressionsanalysen mit einer Einflussgröße	76
2.3.2.1.1.1	Isochronen	76
2.3.2.1.1.2	Isothermen	94
2.3.2.1.2	Multiple lineare Regressionsanalysen	104
2.3.2.1.2.1	Allgemeines	104
2.3.2.1.2.2	Multiple lineare Regressionsanalysen an Original- und gealterten Bindemittein	108
2.3.2.1.2.3	Multiple lineare Regressionsanalysen an Originalbindernillein Multiple lineare Regressionsanalysen an RTEOT, gealterten Rindomitteln	114
2.3.2.1.2.4	Kriechversuche	110
23221	Regressionsanalvsen mit einer Einflussgröße	118
2.3.2.2.1.1	Kriechdehnung (Belastungsphase) in Abhängigkeit von der Zeit t	118
	bei Temperaturen von T = 50 ° C, T = 60 ° C und T = 70 ° C für die	
	acht Bindemittelsorten im Original und gealterten Zustand	
2.3.2.2.1.2	Kriechdehnungskurven gleicher Schubspannungsstufen	131
2.3.2.2.1.3	Isothermen	141
2.3.2.2.2	Multiple lineare Regressionsanalysen an Original- und gealterten Bindemitteln	151
2.3.3	Zusammenfassende Auswertung der Oszillations- und Kriechversuche	157
2.3.3.1	Oszillationsversuche	157
2.3.3.1.1	Varianzanalysen	157
2.3.3.1.2	Regressionsanalysen	158
2.3.3.2	Knechversuche	100
2.3.3.2.1	Regressionsanalysen	162
2.0.0.2.2	regressionsanarysen	102
3.	Festlegung der Rahmenbedingungen für die Durchführung und Auswertung von Oszillations- und Kriechversuchen	164
3.1	Oszillationsversuche	164
3.1.1	Betrachtung der Variationskoeffizienten	164
3.1.2	BLACK - Diagramme	171
3.1.3	Festlegung der Versuchsparameter für Oszillationsversuche	188
3.1.4	Auswerteverfahren für die Ergebnisse von Oszillationsversuchen	189
3.1.5	Arbeitsanleitung für die Durchführung und Auswertung von	195
0454	Oszillationsversuchen	405
3.1.5.1		195
3.1.5.2	Gerale	195
3.1.5.3	Durchführung	195
3155	Auswertung	195
3156	Präzision des Verfahrens	200
2.2		200
J.∠ 3.2.1	Vorüberlegungen	201 201
322	Festlegung der Versuchsparameter für Kriechversuche	201
3.2.3	Auswerteverfahren für die Ergebnisse von Kriechversuchen	210
3.2.4	Arbeitsanleitung für die Durchführung und Auswertung von	211
	Kriechversuchen	
4.	Zusammenfassung	212
5.	Literaturverzeichnis	213

1. Einleitung und Aufgabenstellung

An Asphaltbefestigungen werden in Folge des ständig zunehmenden Verkehrsaufkommens immer höhere Anforderungen gestellt. Als wichtigste Anforderungen seien die Widerstandsfähigkeit gegen Ermüdung, Verformung und thermische Rissbildung genannt. Dem Ingenieur kommt hierbei die schwierige Aufgabe zu, einen Asphalt konzipieren zu müssen, der möglichst allen Anforderungen gleichzeitig gerecht wird. Das dieses in der Vergangenheit nicht immer gelungen ist, liegt zum Teil an den stark konkurrierenden Anforderungen, wie derjenigen nach ausreichendem Widerstand gegen Verformung bei Wärme und gegen Risssicherheit bei Kälte, aber auch an fehlenden rheologischen Kenngrößen, mit denen das komplizierte Spannungs-Verformungs-Verhalten von Asphalten im gesamten Gebrauchstemperaturbereich besser beschrieben werden könnte.

Das Gebrauchsverhalten bzw. das mechanische Verhalten von Asphalten wird in erster Linie durch das temperaturabhängige Fließverhalten des eingesetzten Bindemittels bzw. des Mörtels bestimmt. Zur Zeit werden die Eigenschaften von Bindemitteln meistens z.B. anhand der Nadelpenetration, des Erweichungspunktes Ring und Kugel und des Brechpunktes nach Fraaß bestimmt. An polymermodifizierten Bitumen (PmB) wird zusätzlich die Prüfung der elastischen Rückstellung gemäß DIN V 52021-1 und der Kraftduktilität ermittelt, um das ausgeprägte elastische Verhalten besser erfassen zu können. Für die oben aufgeführten Prüfungen liegt ein relativ großer Erfahrungshintergrund vor, mit dem man Rückschlüsse auf das Gebrauchsverhalten der Bindemittel vornehmen kann.

Für polymermodifizierte Bindemittel hat sich jedoch herausgestellt, dass dieser Erfahrungshintergrund bzw. die Ermittlung der konventionellen Kenndaten nicht ausreichen, um das Gebrauchsverhalten der polymermodifizierten Bindemittel hinreichend genau beschreiben zu können.

Die Kenntnis rheologischer Kenngrößen ist Grundlage für eine bessere Abschätzung des rheologischen Verhaltens von Bindemitteln und hilfreich für eine sicherere Prognose des mechanischen Verhaltens von Asphalten.

Rheologische Kenngrößen an Bitumen können z.B. mit dem Dynamischen Scher-Rheometer (DSR) ermittelt werden.

Ziel des hier vorliegenden Forschungsvorhabens ist es, die Prüfbedingungen für die Versuche im Dynamischen Scher-Rheometer so zu optimieren, dass die häufig in Deutschland verwendeten polymermodifizierten Bindemittel differenziert und plausibel auf ihre Gebrauchseigenschaften angesprochen werden und die rheologischen Kenngrößen der Bindemittel bestimmt werden können. Denn nur durch die Kenntnis rheologischer Kenngrößen ist eine objektivere Beurteilung des rheologischen Verhaltens auch von polymermodifizierten Bindemitteln möglich.

Zur Optimierung der versuchstechnischen Rahmenbedingungen für die Durchführung und Auswertung performance-orientierter Bitumenuntersuchungen mittels DSR sind laut Aufgabenstellung dieses Forschungsvorhabens Oszillationsversuche an acht Bindemittelsorten sowohl im thermisch unbeanspruchten Zustand als auch im RTFOT-gealterten thermischen Zustand bei vier Temperaturstufen, drei Frequenzstufen, drei Deformationsstufen und einer Dreifachbelegung sowie Kriechversuche an den gleichen acht Bindemittelsorten im thermisch unbeanspruchten und RTFOTgealterten thermischen Zustand bei drei Temperaturstufen, drei Schubspannungsstufen und einer Dreifachbelegung durchzuführen.

Die folgenden rheologischen Kenngrößen können aus den Messdaten eines DSR-Versuches in der Betriebsart Oszillation berechnet werden:

- 1. Phasenverschiebungswinkel δ
- 2. Komplexer Schubmodul G*
- 3. Speichermodul G'
- 4. Verlustmodul G"
- 5. Komplexe Viskosität η^*

Der Phasenverschiebungswinkel δ ist definiert als der Winkel der Phasenverschiebung zwischen der oszillierend aufgebrachten, sinusförmigen Spannung und der resultierenden sinusförmigen Scherverformung.

Der komplexe Schubmodul G* ist ein Maß für den Gesamtwiderstand einer Probe gegenüber Scherverformungen.

Die Größe der reversibel in der Substanz gespeicherten und zurückgewonnenen Deformationsenergie (elastischer Anteil) wird durch den Speichermodul G' zum Ausdruck gebracht.

Der Verlustmodul G" ist ein Maß für die Größe der irreversibel von der Substanz an die Umgebung abgegebene und damit verlorene Energie (viskoser Anteil).

In der hier vorliegenden Veröffentlichung werden die Darstellungen und Aussagen des Forschungsnehmers auf die Ergebnisse der rheologischen Kenngrößen Phasenverschiebungswinkel δ und komplexer Schubmodul G* beschränkt, da durch detaillierte Untersuchungen und Auswertungen festgestellt wurde, dass die wesentlichen Schlussfolgerungen des Forschungsvorhabens auf die Kenntnis dieser beiden letztgenannten Werte zurückzuführen sind.

Durch eine umfangreiche Literaturrecherche zum Thema wurde der Forschungsnehmer darauf aufmerksam, dass die Darstellungsform "BLACK-Diagramm" gut geeignet ist, den allgemeinen Charakter eines Bindemittels zu beurteilen.

Das "BLACK-Diagramm" bietet den Vorteil, die bei verschiedenen Temperaturen und Frequenzen gemessenen rheologischen Charakteristika in einer einzigen Kurve darzustellen und Unterschiede im rheologischen Stoffverhalten verschiedener Bitumensorten zu veranschaulichen.

Man erhält ein von Temperatur und Frequenz unabgängiges BLACK-Diagramm, indem die an einem Bindemittel bestimmten Kennwerte G^{*} und δ in Abgängigkeit voneinander dargestellt werden (siehe Abbildung 1.1).



Abbildung 1.1: BLACK - Diagramm eines rein destillativ gewonnenen Straßenbaubitumens [1]

- G* : Complex modulus = Komplexer Schubmodul
- δ : Phase angle = Phasenverschiebungswinkel

Im Rahmen dieses Forschungsberichtes kommt dem "BLACK-Diagramm" elementare Bedeutung zu, um das rheologische Stoffverhalten der acht verschiedenen betrachteten Bindemittelsorten differenzieren zu können.

Zur Wahl günstiger Versuchsbedingungen wurden im Bereich der gerätespezifischen Belastungsgrenzen zahlreiche Tastversuche durchgeführt.

Die Untersuchungen führten zu den folgenden Vorschlägen für die Wahl der Prüfparameter der Oszillationsversuche:

- Vier Temperaturstufen ($T_1 = 50 \text{ °C}$, $T_2 = 60 \text{ °C}$, $T_3 = 70 \text{ °C}$, $T_4 = 80 \text{ °C}$)
- Drei Deformationsstufen ($d_1 = 4 \%$, $d_2 = 6 \%$, $d_3 = 8 \%$)
- Drei Frequenzstufen ($f_1 = 1,59 \text{ Hz}, f_2 = 4 \text{ Hz}, f_3 = 6 \text{ Hz}$)

Aufgrund der Vorversuche in der Betriebsart "Kriechen" wurde die folgende Wahl von Prüfparametern für die Kriechversuche vorgeschlagen:

- Drei Temperaturen (T₁ = 50 °C, T₂ = 60 °C, T₃ = 70 °C)
- Drei Schubspannungsstufen ($\tau_1 = 100 \text{ Pa}, \tau_2 = 500 \text{ Pa}, \tau_3 = 1000 \text{ Pa}$)

2.0 Optimierung der versuchstechnischen Rahmenbedingungen für die Durchführung und Auswertung performance-orientierter Bitumenuntersuchungen mittels Dynamischen Scher-Rheometer

Laut Aufgabenstellung dieses Forschungsvorhabens sind zur Optimierung der versuchstechnischen Rahmenbedingungen für die Durchführung und Auswertung performance-orientierter Bitumenuntersuchungen mittels Dynamischem Scher-Rheometers einerseits Oszillationsversuche an acht Bindemittelsorten sowohl im thermisch unbeanspruchten Zustand als auch im RTFOT- gealterten thermischen Zustand durchzuführen. Die systematische Variation von vier Temperaturstufen, drei Frequenzstufen, drei Deformationsstufen und einer Dreifachbelegung soll außerdem beachtet werden. Andererseits sollen Ergebnisse von Kriechversuchen an den gleichen acht Bindemittelsorten im thermisch unbeanspruchten und RTFOT-gealterten thermischen Zustand bei drei Temperaturstufen, drei Schubspannungsstufen und einer Dreifachbelegung ermittelt werden.

Unter der Deformation d wird die Scherverformung angegeben in Prozent verstanden.

2.1 Untersuchungsmethodik

2.1.1 Untersuchungsverfahren

2.1.1.1 Oszillationstest

Unter einem Oszillationstest wird ein Schwingungstest verstanden. In einem Dynamischen Scher-Rheometer werden bei bestimmten Temperaturen und mit bestimmten Frequenzen oszillierende Scherbelastungen auf eine Probe aufgebracht. Konstante Spannungen bzw. Deformationen rufen ein Drehmoment hervor, welches die Probe beansprucht. Im Dynamischen Scher-Rheometer (DSR) werden die resultierenden Scherverformungen bzw. - spannungen sowie die Zeitverzögerung zwischen Spannung und Verformung gemessen.

Aus den Messdaten können die folgenden rheologischen Kenngrößen berechnet werden:

- 1. Phasenverschiebungswinkel δ
- 2. Komplexer Schubmodul G*
- 3. Speichermodul G'
- 4. Verlustmodul G"
- 5. Komplexe Viskosität η^*

2.1.1.2 Kriechtest

Mit einem Dynamischen Scher-Rheometer (DSR) können auch Kriechtests durchgeführt werden. Bei diesem Versuchstyp wird eine Probe einer konstanten Schubspannung unverzüglich ausgesetzt und die resultierende Verformung wird als Funktion der Zeit gemessen.

Um den Einfluss von unterschiedlich hohen Schubspannungen zu eliminieren, kann an Stelle einer Zeit-Verformungskurve die Kriechnachgiebigkeit in Abhängigkeit von der Zeit dargestellt werden. Die Kriechnachgiebigkeit wird als Verhältnis der Verformung zur aufgebrachten Spannung definiert.

Wird nach dem Aufheben der Belastung nach vorgegebener Zeit die Kriechnachgiebigkeit in Abhängigkeit von der Zeit dargestellt, so spricht man von Kriecherholung.

Weitere Ergebnisse des Kriechtests sind unter anderem die Stationarität und Viskosität.

Stationarität liegt vor, wenn die Steigung der Kriechkurve sich nicht mehr ändert und den Zahlenwert von eins aufweist. Stationarität ist eine Bedingung für rein viskoses Fließen. Liegt rein viskoses Fließen vor, kann aus der Steigung der Kriechkurve - entspricht der Ableitung der Deformation nach der Zeit - die Scherrate ermittelt werden. Mit Hilfe des Fließgesetzes von Newton kann bei bekannter Schubspannung die Viskosität rechnerisch aus einer Kriechnachgiebigkeitszeitkurve ermittelt werden.

2.1.1.3 Alterung von Bindemitteln nach dem RTFOT-Verfahren

Oszillationstests und Kriechtests wurden sowohl im ungealterten als auch im gealterten thermischen Beanspruchungszustand der acht Bindemittelsorten durchgeführt. Das Probematerial wurde mit Hilfe des RTFOT-Verfahrens ("Rolling Thin Film Oven Test") gealtert.

Bei diesem Versuch wird ein rollierender Film eines bitumenhaltigen Bindemittels in einem Ofen eine festgelegte Zeit von t = 75 ± 1 min unter konstantem Luftstrom mit einem Durchfluss von 4000 ± 200 cm³ / min auf eine festgelegte Temperatur von T = 163 ± 1 °C erhitzt.

Das Verfahren ist detailliert in der Norm DIN EN 12 607-1 "Bitumen und bitumenhaltige Bindemittel "Bestimmung der Beständigkeit gegen Verhärtung unter Einfluss von Wärme und Luft, Teil 1: RTFOT-Verfahren", Ausgabe April 2000 beschrieben [2].

Die Alterungen der Proben wurden nach DIN EN 12 607-1 durchgeführt. Einzelheiten, wie z. B. die schematischen Darstellungen der zu verwendenden Ofen und Lüfter, Drehgestell aus Metall sowie Glasbehälter können in der Norm nachgeschlagen werden.







Bild 2.1.2: Alterung von Bindemitteln nach RTFOT-Verfahren Ofen mit eingesetzten Glasbehältern während des Alterungsvorgangs bitumenhaltiger Bindemittelproben



Bild 2.1.3: Alterung von Bindemitteln nach dem RTFOT-Verfahren Glasbehälter mit bitumenhaltigem Bindemittel befüllt, nach Durchführung der Alterung, im Exsikkator

2.1.2 Auswahl und Eigenschaften der untersuchten Bindemittel

2.1.2.1 Allgemeines

Aus der Tabelle 2.1.2.1.1 können die acht an dem Forschungsvorhaben teilnehmenden Bindemittelsorten abgelesen werden.

Bitumensorte	Hersteller
Straßenbaubitumen 70/100	1
Straßenbaubitumen 30/45	1
PmB 25 A	2
PmB 45 A	2
PmB H	2
PmB 45 A	1
PmB 25 A	3
PmB H	4

Tabelle 2.1.2.1.1: Auswahl der Bindemittelsorten

Durch diese Auswahl sollten möglichst viele unterschiedliche Bindemittelsorten berücksichtigt werden, nämlich zwei Straßenbaubitumen, vier polymermodifizierte Bindemittel gemäß der TL PmB 2001 Tabelle 2 und zwei höher polymermodifizierte Bindemittel gemäß der TL PmB 2001 Tabelle 4.

Nach Auskunft der Bitumenhersteller 1, 3 und 4 stammt das Rohöl, das bei ihren Bindemitteln eingesetzt wird, aus Venezuela. Die Herkunft des Rohöles, welches bei den Bindemitteln des Herstellers 2 eingesetzt wird, ist der Mittlere Osten. Somit wurden zwei unterschiedliche Provenienzen bei der Durchführung des Forschungsvorhabens FE 07.196 berücksichtigt.

2.1.2.2 Bestimmung der konventionellen Kenndaten der Bindemittel

Den folgenden drei Tabellen 2.1.2.2.1 bis 2.1.2.2.3 können die gemäß der TL PmB 2001 bzw. der DIN EN 12 591 ermittelten Bindemittelkenndaten der ungealterten, im Forschungsvorhaben eingesetzten Bindemittel sowie die zugehörigen Sollwerte entnommen werden.

In der Tabelle 2.1.2.2.4 sind die ermittelten Bindemittelkenndaten der nach dem RTFOT-Verfahren (DIN 12 607-1) gealterten Bindemittelsorten wiedergegeben.

			70/100		30/45		PmB 45 A	
	Einheit	Prüfverfahren	Hersteller 1	Soll	Hersteller 1	Soll	Hersteller 1	Soll
Nadelpenetration bei 25°C	0,1 mm	DIN EN 1426	87	70-100	31	30-45	33	20-60
Erweichungspunkt Ring und Kugel	°C	DIN EN 1427	45,2	43-49	55,4	53-59	58,8	55,0-63,0
Brechpunkt nach Fraaß	°C	DIN EN 12593	-17	höchst10	-9	höchst5	-11	-10
Duktilität bei 25°C	cm	DIN 52013		night orf	ordorlich		102	mind. 40
Dichte bei 25 °C	g/cm ³	DIN EN ISO 3838		nicht en	ordenich		1,03	1,00-1,10
Flammpunkt im offenen Tiegel nach Cleveland	°C	DIN ISO 2592	284	mind. 230	288	mind. 240	300	mind. 235
Elastische Rückstellung bei 25°C	%	DIN V 52021-1	-	-	-	-	62	mind. 50
Löslichkeit	%	DIN EN 12592	100	mind. 99	100	mind. 99	night orf	ordorlich
Gehalt an Paraffinen	%	DIN EN 12606-1	0,4	höchst. 2,2	0,1	höchst. 2,2	nicht en	ordenich
Stabilität gegen Entmischung nach		DIN EN 1427 und						
Heißlagerung, Differenz der		TL-PmB 2001		nicht erf	orderlich			
Erweichungspunkte Ring und Kugel	°C	Anhang A					0,4	höchst. 2,0
Relative Masseänderung durch		DIN EN 12607-3						
thermische Beanspruchung (im Kolben)								
RTF-Verfahren bei 165°C	%		0,3	höchst. 0,8	0,1	höchst. 0,5	0,0	höchst. 0,5
Anstieg des Erweichungspunktes		DIN EN 12607-3						
Ring+Kugel durch thermische Beanspruchung	°C	und DIN EN 1427	6,3	höchst. 9	5,9	höchst. 8	7,2	höchst. 8,0
Verbleibende Nadelpenetration		DIN EN 12607-3						
durch thermische Beanspruchung	%	und DIN EN 1426	64	mind. 45	77	mind. 53	70	mind. 60
Duktilität nach thermischer		DIN EN 12607-3						
Beanspruchung bei 25°C	cm	und DIN 52013		nicht orf	ordorlich		56	mind. 20
Elastische Rückstellung bei 25°C		DIN EN 12607-3		ment en	ordernich			
nach thermischer Beanspruchung	%	und DIN V 52021-1					71	mind. 50
Verhalten bei tiefen Temperaturen BBR		TL-PmB 2001 und						
Steifigkeit bei -16°C	MPa	AASHTO TP 1	123	*)	436	*)	306	höchst.300
Formänderungsarbeit der		DIN 52013,						
Kraftduktilität bei 25°C		TL-PmB 2001 und						
E' (40cm)-Mindestduktilität	J	Anhang B	0,01		0,27		0,73	mind. 1
E'max	J	_	0,02	*)	0,29	*)	0,87	
Relative Masseänderung durch		DIN EN 12607-3						
thermische Beanspruchung (im Ofen)								
RTFOT-Verfahren bei 163°C	%		-0,04	*)	0,12	*)	-0,05	*)

Ermittelte Bitumendaten gemäß TL-PmB 2001 und DIN 12591

*) keine Anforderungen gegeben

			PmB 25 A		PmB H		PmB 45 A	
	Einheit	Prüfverfahren	Hersteller 3	Soll	Hersteller 2	Soll	Hersteller 2	Soll
Nadelpenetration bei 25°C	0,1 mm	DIN EN 1426	29	10 bis 40	51	40 bis 100	46	20 bis 60
Erweichungspunkt Ring und Kugel	°C	DIN EN 1427	66,8	63,0-71,0	72,7	min. 65,0	61,0	55,0-63,0
Brechpunkt nach Fraaß	°C	DIN EN 12593	-15	max5	-15	max15	-16	-10
Duktilität bei 25°C	cm	DIN 52013	60	min. 20	80	min. 60	124	mind. 40
Dichte bei 25 °C	g/cm ³	DIN EN ISO 3838	1,02	1,00-1,10	1,02	1,00-1,10	1,02	1,00-1,10
Flammpunkt im offenen Tiegel nach Cleveland	°C	DIN ISO 2592	308	min. 235	334	min. 235	334	mind. 235
Elastische Rückstellung bei 25°C	%	DIN V 52021-1	74	min. 50	71	min. 70	70	mind. 50
Löslichkeit	%	DIN EN 12592						
Gehalt an Paraffinen	%	DIN EN 12606-1			nicht erfo	rderlich		
Stabilität gegen Entmischung nach		DIN EN 1427 und						
Heißlagerung, Differenz der		TL-PmB 2001						
Erweichungspunkte Ring und Kugel	°C	Anhang A	0,7	max. 2,0	0,8	max. 2,0	1,7	max. 2,0
Relative Masseänderung durch		DIN EN 12607-3						
thermische Beanspruchung (im Kolben)								
RTF-Verfahren bei 165°C	%		0,03	max. 0,5	0,03	max. 0,3	0,12	max. 0,5
Anstieg des Erweichungspunktes		DIN EN 12607-3						
Ring+Kugel durch thermische Beanspruchung	°C	und DIN EN 1427	7,1	max. 8,0	0,7	max. 8,0	6,6	max. 8,0
Verbleibende Nadelpenetration		DIN EN 12607-3						
durch thermische Beanspruchung	%	und DIN EN 1426	76	min. 60	67	min. 60	67,6	mind. 60
Duktilität nach thermischer		DIN EN 12607-3						
Beanspruchung bei 25°C	cm	und DIN 52013	26	min. 10	30	min. 30	46	mind. 20
Elastische Rückstellung bei 25°C		DIN EN 12607-3						
nach thermischer Beanspruchung	%	und DIN V 52021-1	69	min. 50	71	min. 50	73	mind. 50
Verhalten bei tiefen Temperaturen BBR		TL-PmB 2001 und						
Steifigkeit bei -16°C	MPa	AASHTO TP 1	164	max. 350	139	max. 200	136	max. 300
Formänderungsarbeit der		DIN 52013,						
Kraftduktilität bei 25°C		TL-PmB 2001 und						
E' bei Mindestduktilität	J	Anhang B	1,04	min.1 (E'20)	1,66	min. 1 (E'60)	0,60	min. 1 (E'40)
E'max	J		2,28	*)	2,16	*)	1,79	*)
Relative Masseänderung durch		DIN EN 12607-3						
thermische Beanspruchung (im Ofen)								
RTFOT-Verfahren bei 163°C	%		-0,11	*)	0,01	*)	-0,04	*)

Ermittelte Bitumendaten gemäß TL-PmB 2001 und DIN 12591

*) keine Anforderungen gegeben

<u>Tabelle 2.1.2.2.2:</u> Konventionelle Bindemittelkenndaten der Bitumensorten PmB 25 A Hersteller 3, PmB H Hersteller 2, PmB 45 A Hersteller 2

			PmB 25 A		PmB H	
	Einheit	Prüfverfahren	Hersteller 2	Soll	Hersteller 4	Soll (It. Hersteller)
Nadelpenetration bei 25°C	0,1 mm	DIN EN 1426	37	10 bis 40	78	40 bis 100
Erweichungspunkt Ring und Kugel	°C	DIN EN 1427	69,8	63,0-71,0	75,2	min. 65,0
Brechpunkt nach Fraaß	°C	DIN EN 12593	-13	max5	-17	max15
Duktilität bei 25°C	cm	DIN 52013	47	min. 20	123	min. 60
Dichte bei 25 °C	g/cm ³	DIN EN ISO 3838	1,01	1,00-1,10	1,02	1,00-1,10
Flammpunkt im offenen Tiegel nach Cleveland	°C	DIN ISO 2592	337	min. 235	276	min. 235
Elastische Rückstellung bei 25°C	%	DIN V 52021-1	72	min. 50	97	min. 70
Löslichkeit	%	DIN EN 12592				
Gehalt an Paraffinen	%	DIN EN 12606-1		nicht	erforderlich	
Stabilität gegen Entmischung nach		DIN EN 1427 und				
Heißlagerung, Differenz der		TL-PmB 2001				
Erweichungspunkte Ring und Kugel	°C	Anhang A	0,1	max. 2,0	1,7	max. 2,0
Relative Masseänderung durch		DIN EN 12607-3				
thermische Beanspruchung (im Kolben)						
RTF-Verfahren bei 165°C	%		0,01	max. 0,5	-0,06	max. 0,3
Anstieg des Erweichungspunktes		DIN EN 12607-3				
Ring+Kugel durch thermische Beanspruchung	°C	und DIN EN 1427	6,4	max. 8,0	7,4	max. 8,0
Verbleibende Nadelpenetration		DIN EN 12607-3				
durch thermische Beanspruchung	%	und DIN EN 1426	68	min. 60	77	min. 60
Duktilität nach thermischer		DIN EN 12607-3				
Beanspruchung bei 25°C	cm	und DIN 52013	14	min. 10	94	min. 30
Elastische Rückstellung bei 25°C		DIN EN 12607-3				
nach thermischer Beanspruchung	%	und DIN V 52021-	62	min. 50	86	min. 50
Verhalten bei tiefen Temperaturen BBR		TL-PmB 2001 und				
Steifigkeit bei -16°C	MPa	AASHTO TP 1	166	max. 350	101	max. 200
Formänderungsarbeit der		DIN 52013,				
Kraftduktilität bei 25°C		TL-PmB 2001 und				
E' bei Mindestduktilität	J	Anhang B	0,84	min.1 (E'20)	0,79	min. 1 (E'60)
E'max	J		1,64	*)	3,04	*)
Relative Masseänderung durch		DIN EN 12607-3				
thermische Beanspruchung (im Ofen)						
RTFOT-Verfahren bei 163°C	%		0,12	*)	-0,05	*)

Ermittelte Bitumendaten gemäß TL-PmB 2001 und DIN 12591

*) keine Anforderungen gegeben

<u>Tabelle 2.1.2.2.3:</u> Konventionelle Bindemittelkenndaten der Bitumensorten PmB 25 A Hersteller 2 und PmB H Hersteller 4

Bindemittel-	Erweichungspunkt	Nadel-	Brechpunkt	Maximale	Elastische
sorte	Ring und Kugel	penetration	nach Fraaß	Formänderungs-	Rückstellung
	[°C]	[1/10 mm]	[°C]	[J]	[%]
PmB 25 A Hersteller 3	74,0	23	-11	2,868	71
PmB H Hersteller 2	75,6	38	-14	2,109	69
PmB 45 A Hersteller 2	68,6	28	-11	1,803	73
PmB 25 A Hersteller 2	80,2	23	-16	2,422	72
PmB H Hersteller 4	57,8	61	-17	1,309	85
PmB 45 A Hersteller 1	64,4	24	-10	2,738	72
70/100 Hersteller 1	49,4	56	-13	0,155	11
30/45 Hersteller 1	61,2	21	-9	0,647	14

Tabelle 2.1.2.2.4:

Ermittelte konventionelle Bindemittelkenndaten der RTFOTgealterten Bindemittel

Anhand der Werte der ermittelten konventionellen Kenndaten der untersuchten Bindemitteln, vgl. Tabellen 2.1.2.2.1 bis 2.1.2.2.4 können keine Auffälligkeiten abgeleitet werden.

2.1.3 Probenvorbereitung für die Durchführung der Oszillations- und Kriechversuche

Aus der Literaturrecherche und dem von der Nordlabor GmbH vorliegenden Erfahrungshintergrund ist bekannt, dass die Probenvorbereitung einen erheblichen Einfluss auf die Ergebnisse rheologischer Untersuchungen ausüben kann. Insbesondere wirkt sich das mehrfache Erhitzen einer Bitumenprobe auf die Ergebnisse, die mit einem DSR-Gerät ermittelt werden, wesentlich aus. Vor dem Hintergrund die Anzahl der thermischen Beanspruchungen der Bindemittel möglichst gering zu halten, wurde die Probenvorbereitung der Bindemittel für die Oszillations- und Kriechversuche wie folgt durchgeführt:

Die polymermodifizierten Bindemittelvarianten wurden <u>einmalig</u> im Trockenschrank bei Temperaturen zwischen T = 180 °C und T = 200 °C und die Straßenbaubitumen-Varianten wurden bei Temperaturen von T = 80 °C bis T = 90 °C über dem zu erwartenden Erweichungspunkt Ring und Kugel der jeweiligen Bitumensorte erwärmt und vor einer Probenteilung homogenisiert. Anschließend konnte für jede Bindemittelvariante die errechnete Menge von 4 kg in zwei 5 L Eimer gegossen und wiederum durch Rühren homogenisiert werden. Danach wurden sofort je Bindemittelvariante ca. 180 Schuhcremedosen mit je ca. 20 g Bitumen befüllt.

Im gleichen Arbeitsschritt wurde je Bindemittelvariante ca. 1 kg Bitumen auf die für die Normuntersuchungen gemäß TL PmB 2001 und DIN EN 12 591 notwendigen Prüfkörperformen bzw. Probegefäße aufgeteilt. Um für die Prüfungen der gealterten Bindemittel gemäß der TL PmB 2001 und der DIN EN 12 591 sowie der Untersuchungen mit dem DSR-Gerät ausreichend Probematerial zur Verfügung zu haben, war eine Gesamtmenge von ca. 7 kg für jede Bindemittelvariante vorzubereiten. Die gewählte und erforderliche Gesamtmenge resultiert aus der Erfahrung, dass aus den acht Gläsern, die im RTFOT-Verfahren eingesetzt werden, das eingefüllte und anschließend gealterte Bitumen nicht vollständig für die Durchführung der Versuche zurückgewonnen werden kann. Eine nicht zu unterschätzende Menge an Bitumen verbleibt auch nach sorgfältiger Leerung an den Wandungen der Gläser.

Pro Alterungsdurchlauf standen acht Gläser, in die jeweils 35 g, also insgesamt 280 g Bindemittel, eingefüllt werden können, zur Verfügung. Um folglich die erforderliche Gesamtmenge an Probematerial zu erhalten, wurden demnach mehrere Alterungsdurchläufe notwendig. Ziel sollte es weiterhin sein, die Anzahl der thermischen Beanspruchungen auch hier möglichst gering und vergleichbar zu halten.

Daher wurden je Bindemittelvariante 500 mL - Dosen mit je 300 g Bitumen abgefüllt. Anschließend konnte der Inhalt dieser Dosen auf die acht Gläser zu je 35 g verteilt und die Alterung gestartet werden.

Nach jedem Alterungsdurchlauf wurde das thermisch beanspruchte Bitumen in einem Sammelgefäß (10 L Eimer), getrennt für jede Bindemittelvariante, aufgefangen.

Nach Abschluss aller Alterungsdurchläufe wurde das gesammelte Bitumen einmalig erwärmt, homogenisiert und wie bereits oben beschrieben auf 180 Schuhcremedosen sowie für die Untersuchungen gemäß der TL PmB 2001 und der DIN EN 12 591 erforderlichen Probegefäße bzw. Prüfkörperformen aufgeteilt.

Die Anzahl der Schuhcremedosen von 180 Stück ergab sich aufgrund der folgenden Überlegungen:

Wie bereits im Abschnitt 2.0 beschrieben wurde, mußten aufgrund der systematisch angelegten Variation der Einflussgrößen je Bindemittelvariante 108 Oszillationsversuche und 27 Kriechversuche durchgeführt werden, dass bedeutet, dass 135 Schuhcremedosen mit Probematerial vorzuhalten waren.

Um sicher zu stellen, dass für evtl. Wiederholungsversuche ausreichend Probematerial zur Verfügung stand, das die gleiche thermische Beanspruchung erfahren hat, wurde beschlossen weitere 45 Schuhcremedosen mit Bindemittel zu befüllen.

Die Summe an Schuhcremedosen betrug somit 180 Stück je Bindemittelvariante.



Bild 2.1.3.1: Schuhcremedose (leer)



Bild 2.1.3.2: Schuhcremedose (mit ca. 20 g befüllt)

2.1.4 Statistische Auswertungsverfahren

In den nachfolgenden Abschnitten sollen die statistischen Auswertungsverfahren kurz angesprochen werden. Für die gewählten Verfahren der multiplen Varianzanalysen, vgl. Abschnitt 2.1.4.1, wurde die statistische Behandlung des gewonnenen Datenmaterials auf der Basis einer statistischen Sicherheit von S = 0,95, d.h., einer Irrtums- bzw. Überschreitungswahrscheinlichkeit von α = 0,05, durchgeführt.

Die festgestellten Messergebnisse wurden nicht durch Ausreissertests aufbereitet, sondern gehen alle in die statistische Auswertung mit ein, um später erkennen zu können, ob bei einer bestimmten Parameterkombination die ermittelten Werte mehr oder weniger streuen.

2.1.4.1 Multiple Varianzanalysen

Mit Hilfe multipler Varianzanalysen können die Einflüsse von zwei oder mehr Faktoren auf die Gesamtvariabilität einer Merkmalsgröße und gleichzeitig die Wechselwirkungen zwischen den Faktoren erkannt und qualitativ ermittelt werden. Das Berechnungsprinzip besteht darin, die Faktoren so einzusetzen, dass sich ihre Effekte und Wechselwirkungen sowie die Variabilität dieser Effekte messen, untereinander vergleichen und gegen die zufällige Variabilität abgrenzen lassen.

Gemäß der Klassifikation von Eisenhart [3] können zur Lösung von Problemen mit varianzanalytischen Methoden grundsätzlich drei Modelle unterschieden werden:

Modell I mit festen Effekten, wobei die Stufen der Einflussfaktoren gezielt ausgewählt und festgelegt werden,

Modell II mit zufälligen Effekten, wobei die Stufen der Einflussfaktoren auf Zufallsstichproben aus einer Grundgesamtheit beruhen, sowie

Modell III mit gemischten Effekten, wobei sich die Einflussfaktoren sowohl aus dem Modell I als auch aus dem Modell II ergeben.

Ferner unterscheidet man bei multiplen Varianzanalysen zwischen einer Kreuzklassifikation und einer hierarchischen Klassifikation. Bei der Kreuzklassifikation treten alle Stufen des einen Einflussfaktors in allen Stufen aller anderen Einflussfaktoren auf Lit. [58]. Bei der hierarchischen Klassifikation hingegen treten alle Stufen einer Einflussgröße immer nur mit einer Stufe einer anderen Einflussgröße gemeinsam auf.

Die im Rahmen dieser Forschungsarbeit durchgeführten Versuche wurden so angelegt, dass stets eine Varianzanalyse mit Kreuzklassifikation nach dem Modell I (mit festen Effekten) auf das vorliegende Datenmaterial angewendet werden konnte.

Die Berechnungsverfahren der multiplen Varianzanalysen können der einschlägigen Literatur, z.B. [3], entnommen werden.

2.1.4.2 Regressionsanalysen [3]

Regressionsanalysen werden durchgeführt, um anhand einer empirischen Funktion y (x) einen funktionalen Zusammenhang zwischen einer abhängigen und einer oder mehreren unabhängigen Variablen zu finden, der es gestattet, aus vorgegebenen bzw. beliebigen Werten der unabhängigen Einflussgröße in x die jeweils abhängige Einflussgröße y zu schätzen.

2.1.4.2.1 Einfache Regressionsanalyse

Im einfachsten Fall wählt man zur Beschreibung des mathematischen Zusammenhangs die Gleichung einer Geraden mit

$$y = a_0 + a_1 \cdot x. \tag{1}$$

Darin bedeuten:

y = Zielgröße,
a₀ = konstantes Glied,
a₁ = Regressionskoeffizient,
x = Variable (Einflussgröße).

Diese Gerade ist so in das zweidimensionale Feld der Beobachtungspunkte zu legen, dass die Summe der Quadrate aller vertikalen Abstände der beachteten Punkte von der Geraden ein Minimum wird.

Zusätzlich wird zur Beurteilung der Güte des linearen Ansatzes das Bestimmtheitsmaß B berechnet. B erfasst den durch die Regression erklärten Anteil der Varianz auf der Regressionsgeraden an der Gesamtvarianz und gilt folglich als Maß für die Genauigkeit, mit der die beobachteten Werte y_i durch die berechneten Schätzwerte \hat{y}_i approximiert werden.

Das Bestimmtheitsmaß lässt auch erkennen, in welchem Umfang die Streuungen systematischer Natur sind. Der Rest auf eins ist dem Zufall und/oder nicht erfassten Einflüssen zuzuschreiben.

Zur Beschreibung des mathematischen Zusammenhanges können bei einfachen Regressionsanalysen mit einer Einflussgröße anstatt einer Gleichung einer Geraden auch Potenz-, Exponential-, Logarithmus- oder Polynomfunktionen gewählt werden. Die mathematischen Hintergründe der Vorgehensweise sind analog den für die Gerade beschriebenen und können der einschlägigen Literatur z.B. [3] entnommen werden.

2.1.4.2.2 Multiple lineare Regressionsanalyse

Die Ergebnisse einer einfachen linearen Regressionsrechnung geben darüber Auskunft, ob ein und gegebenenfalls welcher funktionaler Zusammenhang zwischen zwei normal verteilten Zufallsvariablen existiert. Das Bestimmtheitsmaß B gilt dann als Maß für die Güte des linearen Zusammenhangs.

Soll geprüft werden, welcher lineare Zusammenhang zwischen einer zu erklärenden abhängigen Variablen y (Zielgröße) und mehreren unabhängigen Variablen x_y (Einflussgrößen) besteht, so bedient man sich zweckmäßigerweise einer multiplen linearen Regressionsanalyse. Dazu wird angenommen, dass zwischen der Zielgröße y und den Einflussgrößen x_i eine systematische Abhängigkeit existiert, die durch den linearen multiplen Regressionsansatz

$$y(x) = a_0 + a_1 \cdot x_1 + a_2 \cdot x_2 + \dots + a_y \cdot x_y + \dots + a_k \cdot x_k$$
(2)

beschrieben werden kann. Darin bedeuten:

y(x):	Zielgröße,
a ₀ :	konstantes Glied,
a ₁ , a ₂ a _k :	multiple Regressionskoeffizienten,
x ₁ , x ₂ x _k :	Variablen (Einflussgrößen) x _j

Das Verfahren zur Durchführung der mehrfachen Regression ergibt sich aus der Frage, ob die Zielgröße y gleichzeitig von allen betrachteten unabhängigen Variablen beeinflusst wird. Dazu wird gefordert, dass die Summe der Quadrate der Abweichungen zwischen den beobachteten Werten y_i und den entsprechenden Regressionswerten \hat{y}_i ein Minimum sei. Durch Ableitung nach a_0 und allen a_y lassen sich die k+1 Normalgleichungen finden. Die Lösung des linearen Gleichungssystems geschieht durch Anwendung des Gauß'schen Algorithmus. Man erhält das konstante Glied a_0 und die multiplen Regressionskoeffizienten a_v der Einflussgrößen x_v als Ergebnis.

Sodann wird zur Beurteilung der Güte des linearen Ansatzes das multiple Bestimmtheitsmaß B zu

$$B = 1 - \frac{\sum_{i=1}^{n} (y_i - \hat{y}_i)^2}{\sum_{i=1}^{n} (y_i - \bar{y})^2} \quad \text{mit } 0 \le B \le 1$$
(3)

ermittelt. Eine weitere Hilfsgröße zur Beurteilung der Güte der Regression stellt die bei der Berechnung festgestellte letzte (kleinste) Fehlerquadratsumme dar.

In einem Signifikanztest ist schließlich zu prüfen, ob das multiple Bestimmtheitsmaß bei einer Irrtumswahrscheinlichkeit von α = 0,05 statistisch signifikant ist. Dies geschieht in der folgenden Prüfgröße:

$$\widehat{\mathsf{F}} = \frac{B}{1-B} \bullet \frac{n-k-1}{k} > \mathsf{F}(v_1, v_2, \alpha), \tag{4}$$

mit n: Anzahl der Beobachtungen,

- k: Anzahl der Einflussgrößen x_i,
- υ_1 , υ_2 : Freiheitsgrade, mit υ_1 = k und υ_2 = n k 1,
- α = 0,05 (Signifikanzzahl).

Überschreitet die so berechnete Größe \hat{F} den Tabellenwert F (v_1 , v_2 , $\alpha = 0.05$) der Fisher-Verteilung, so ist für das Bestimmtheitsmaß B auf dem 95 %- Niveau Signifikanz nachgewiesen. Ist die Anzahl n der Beobachtungen klein und die Anzahl der Variablen k relativ groß, muß B = R² durch den unverfälschten Schätzwert

$$u^{r^2} = 1 - (1 - r^2) \frac{n - 1}{n - k} \tag{5}$$

ersetzt werden.

Der Rechenablauf einer multiplen linearen Regressionsanalyse gestaltet sich im einzelnen wie folgt:

Im ersten Rechengang werden zunächst die Gleichung der Regressionsgeraden mit sämtlichen in die Betrachtung eingeführten Einflussgrößen x_j sowie das zugehörige multiple Bestimmtheitsmaß ermittelt. Danach erfolgen insgesamt weitere (k - 1) Rechenläufe, in denen jeweils immer diejenige Einflussgröße, die den geringsten Beitrag zu einer Änderung des Bestimmtheitsmaßes liefert, eliminiert und das entsprechende multiple Bestimmtheitsmaß für die Abhängigkeit der Zielgröße y von den verbleibenden Einflussgrößen berechnet wird. So wird fortgefahren, bis letztlich eine Einflussgröße übrig bleibt, die den Haupteinfluss auf die Zielgröße repräsentiert.

In parallelen Signifikanztests ist daneben stets zu prüfen, ob ein Bestimmtheitsmaß B₁ mit mehreren Einflussgrößen k = u₁ signifikant größer ist als ein Bestimmtheitsmaß B₂ mit einer geringeren Anzahl k = u₂. Überschreitet die zu berechnende Größe \widehat{F} mit

$$\hat{F} = \frac{(B_1 - B_2)(n - u_1 - 1)}{(1 - B_1)(u_1 - u_2)} > F(v_1, v_2, \alpha)$$
(6)

und

$$v_1 = u_1 - u_2, v_2 = n - u_1 - 1$$
 (7)

den entsprechenden Tabellenwert F (υ_1 , υ_1 , α) der Fisher-Verteilung, so besteht zwischen den Bestimmtheitsmaßen B₁ und B₂ ein signifikanter Unterschied. Das bedeutet, dass die Lösung mit der größeren Anzahl von Einflussgrößen zu einer besser abgesicherten Beschreibung der Zielgröße führt. Diese Lösung ist daher zu bevorzugen.

2.2 Versuchsdurchführung und Ergebnisse

2.2.1 Versuchsdurchführung

Die im Folgenden beschriebenen Arbeitsschritte sind unabhängig davon, ob das Dynamische Scher-Rheometer (DSR-Gerät) im Modus "Oszillation" oder im Modus "Kriechen" betrieben wird. Die gewählte Vorgehensweise, bei welcher das DSR-Gerät verwendet worden ist, wird im Folgenden durch die Bilder Nr. 2.2.1.1 bis Nr. 2.2.1.9 veranschaulicht.

Die Untersuchungen wurden mit einem Platte-Platte-Messsystem (siehe Bild Nr. 2.2.1.1) durchgeführt. Die Platten haben einen Durchmesser von 25 mm. Der Messspalt beträgt während der Prüfung bei allen Versuchen 1 mm.

Zu Beginn der Versuchsdurchführung ist das DSR-Gerät zu justieren, in dem die Nulleinstellung des Messspaltes überprüft wird.



Bild Nr. 2.2.1.1

Das jeweilige Probematerial, das sich in den bereits beschriebenen Schuhcremedosen befindet, wird wie im Abschnitt 2.1.3 "Probenvorbereitung" beschrieben, erhitzt und mit Hilfe eines Rührstabes vor dem Auftragen in das Messsystem des DSR-Gerätes noch einmal homogenisiert.



Bild 2.2.1.2

Bild 2.2.1.3

Nachdem die Probe homogenisiert worden ist, wird sie auf die untere Platte des Messsystems des DSR-Gerätes in der Weise, wie es durch das Bild 2.2.1.3 dokumentiert wird, gegossen.

Die Bilder 2.2.1.4 und 2.2.1.5 zeigen die auf der unteren Platte des DSR-Gerätes aufgetragene Bitumenprobe.



Bild 2.2.1.4

Bild 2.2.1.5

Nach dem Auftragen der Bitumenprobe auf die untere Platte des DSR-Gerätes wird die obere Platte mit Stempel soweit herabgefahren, dass ein Spalt zwischen den beiden Platten von 1,05 mm entsteht. Dadurch wird die Probe belastet und sie entweicht seitlich, wie durch das Bild Nr. 2.2.1.6 dokumentiert wird.



Bild 2.2.1.6

Anschließend wird die Probe getrimmt, d.h. der überstehende Probenanteil wird mit Hilfe eines geeigneten, erwärmten Gerätes abgeschnitten. Wurde die richtige Probenmenge entfernt, entsteht beim Herunterfahren der Platte eine leichte Wölbung nach außen. Die Bilder 2.2.1.7 und 2.2.1.8 veranschaulichen das Abschneiden des überstehenden Probenanteiles. Durch das Bild 2.2.1.9 wird dokumentiert, wie die im DSR-Gerät eingebaute Probe nach dem Abschneiden aussieht.







Bild 2.2.1.8



Bild 2.2.1.9

Nachdem das Trimmen der Probe beendet worden ist, wird die Spalteinstellung von 1,0 mm nochmals kontrolliert, bevor die Prüfkammer mit der Prüfflüssigkeit befüllt werden kann. Anschließend wird die Temperatur T der Prüfflüssigkeit eingestellt. Eine thermische Ausgleichszeit von 15 Minuten ist unbedingt einzuhalten. Längere thermische Ausgleichszeiten beeinflussen die Messergebnisse nicht signifikant, wie durch Vorversuche festgestellt worden ist. Anschließend wird der Versuchsdurchlauf gestartet; die Messwerte werden mit Hilfe der gerätespezifischen Software automatisch erfasst und die rheologischen Kenndaten bestimmt.

Das Aussehen des Messsystems und der Prüfkammer des DSR-Gerätes während eines Versuchsdurchlaufes wird durch Bild 2.2.1.10 dokumentiert.



Bild 2.2.1.10: Versuchsdurchlauf

Nach Versuchsende werden die gemessenen Werte und die daraus berechneten Kenngrößen elektronisch abgespeichert und stehen für weitergehende Auswertungen zur Verfügung. Zum Ende des Versuches werden die beiden Platten auseinander gefahren.

Abschließend sind die Platten des Messsystems zu reinigen, so dass ein neuer Versuch gestartet werden kann.

2.2.2 Ergebnisse der Oszillationsversuche

Die rheologischen Kenngrößen Phasenverschiebungswinkel δ und komplexer Schubmodul G* sind wesentliche Ergebnisse der Oszillationsversuche und werden im Rahmen der vorliegenden Veröffentlichung analysiert.

Alle Ergebnisse sämtlicher durchgeführten Oszillationsversuche können für die betrachteten Temperatur-, Frequenz-, Deformationsstufen, Bindemittelsorten und thermischen Beanspruchungszuständen aus einem umfangreichen Zahlenwerk [4] abgelesen werden. Die aus den jeweiligen Einzelwerten der Kenngrößen für die einzelnen Parameterkombinationen errechneten Mittelwerte, Standardabweichungen und Variationskoeffizienten sind auch in dem o.g. Zahlenwerk [4] angegeben.

2.2.3 Ergebnisse der Kriechversuche

An den Bindemitteln, die auch für die Oszillationsversuche verwendet worden sind, wurden am Original und im gealterten thermischen Beanspruchungszustand Kriechversuche mit den in der Tabelle 2.2.3.1 angegebenen Parameterkombinationen durchgeführt. Je Parameterkombination sind drei Einzelproben geprüft worden.

Parameterkombinationen	Temperatur T [º C]	Schubspannung τ [Pa]
1	50	100
2	50	500
3	50	1000
4	60	100
5	60	500
6	60	1000
7	70	100
8	70	500
9	70	1000

Tabelle 2.2.3.1: Parameterkombinationen der Kriechversuche

Die festgestellten Werte für die in der nachfolgenden Auflistung genannten Kenngrößen aller Kriechversuche können einem umfangreichen Zahlenwerk [4] entnommen werden.

- 1. Kriechdehnung nach einer Kriechdauer von t = 0,062 s [‰]
- 2. Kriechdehnung nach einer Kriechdauer von t = 180 s [‰]
- 3. Kriechdehnung nach einer Kriecherholungsdauer von t = 600 s [‰]
- 4. Die am Ende bzw. aus dem linearen Teil der Zeit-Verformungskurve der Belastungsphase des Kriechtestes errechnete **Viskosität** [Pas].

Aus dem o.g. Zahlenwerk [4] können auch die aus den jeweiligen Einzelwerten der Kenngrößen für die einzelnen Parameterkombinationen errechneten Mittelwerte, Standardabweichungen und Variationskoeffizienten abgelesen werden.

Die gemessenen Kriechdehnungen in ‰ aus der Belastungsphase und der Kriecherholungsphase sind in Abhängigkeit von der Zeit - Kriechdauer - in den Abbildungen 2.2.3.1 bis 2.2.3.24, jeweils getrennt für die untersuchten Bindemittelsorten und Temperaturstufen, dargestellt.

Außerdem wird durch die Grafiken der **Einfluss der Alterung** der Bindemittelsorten und der unterschiedlichen **Schubspannungsstufen** auf die Kriechdehnungen veranschaulicht.





Abbildung 2.2.3.1: **T = 50 °C; Sorte 30/45, Hersteller 1**

Schubspannung 100 Pa; gealtertes Bitumen
 Schubspannung 500 Pa; gealtertes Bitumen
 Schubspannung 1000 Pa; gealtertes Bitumen



Abbildung 2.2.3.2: T = 60 °C; Sorte 30/45, Hersteller 1

Abbildung 2.2.3.3:

T = 70 °C; Sorte 30/45, Hersteller 1











Abbildung 2.2.3.6: T = 70 °C; Sorte 70/100, Hersteller 1









T = 60 °C; Sorte PmB 45 A, Hersteller 1



Abbildung 2.2.3.9: T = 70 °C; Sorte PmB 45 A, Hersteller 1











Abbildung 2.2.3.12: T = 70 °C; Sorte PmB H, Hersteller 4







Abbildung 2.2.3.14: T = 60 °C; Sorte PmB H, Hersteller 2



Abbildung 2.2.3.15: T = 70 °C; Sorte PmB H, Hersteller 2











Abbildung 2.2.3.18: T = 70 °C; Sorte PmB 25 A, Hersteller 2









Abbildung 2.2.3.20: T = 60 °C; Sorte PmB 45 A, Hersteller 2



Abbildung 2.2.3.21: T = 70 °C; Sorte PmB 45 A, Hersteller 2












Aus den Abbildungen 2.2.3.1 bis 2.2.3.24 kann Folgendes abgelesen werden:

1. In der Belastungsphase gilt für alle Temperaturstufen, Schubspannungsstufen und Bindemittelsorten sowohl für die Original- als auch für die gealterten Proben:

KD $(t+\Delta t) > KD (t); \Delta t > o$

mit

KD (t): Kriechdehnung zum Zeitpunkt t

KD (t+ Δ t): Kriechdehnung zum Zeitpunkt t+ Δ t; mit t+ Δ t > t

2. An dieser Stelle werden die untersuchten Bindemittelsorten aufgrund der Ergebnisse der Kriechversuche in Gruppen zusammengefasst, wobei ein Bitumen nicht eindeutig zugeordnet werden kann:

Gruppe 1:	PmB H Hersteller 4, PmB 25 A Hersteller 2; PmB 45 Hersteller 2, PmB 25 A Hersteller 3 und PmB H Hersteller 2
Gruppe 2:	30/45 und 70/100 Hersteller 1

Ausnahme: PmB 45 A Hersteller 1

Die Entlastungsphase der Kriechversuche liefert die folgenden Zusammenhänge:

$$\downarrow$$
 KD (t) _{50 ° C} > \downarrow KD (t) _{60 ° C} > \downarrow KD (t) _{70 ° C}; τ = const.; Gruppe 1

 \downarrow KD (t) PmB 45 A, Hersteller 1 < \downarrow KD (t) Gruppe 1; τ = const., T = const.

 \downarrow KD (t) _{Gruppe 2} \approx 0; τ = const., T = const.; gültig für alle Originale und gealterte Proben

- mit \downarrow KD (t) _{x ° C}: Abfall der Kriechdehnung in Abhängigkeit von der Zeit bei einer Temperatur von x ° C
 - τ : Schubspannung
- mit \downarrow KD (t) _y: Abfall der Kriechdehnung in Abhängigkeit von der Zeit eines Bindemittels y bzw. einer Gruppe von Bindemittelsorten
 - T: Temperatur

Die in den Punkten 3. bis 5. genannten Aspekte sind für die **Be- und Entlastungsphase** festgestellt worden:

3.

KD (t) $_{1000 Pa}$ > KD (t) $_{500 Pa}$ > KD (t) $_{100 Pa}$ für T = const.; gültig für alle Bindemittel, sowohl im Originalzustand und nach thermischer Alterung

4.

KD (t) $_{\text{Original}}$ > KD (t) $_{\text{gealtert}}$; für alle Bindemittelsorten, τ = const., T = const.

Ausnahme: Sorte PmB H Hersteller 4

Es gilt:

KD (t) _{Original, 70 ° C, 100 Pa} ≈ KD (t) _{gealtert, 70 ° C, 100 Pa}

KD (t) _{Original, 70 ° C, 500 Pa} ≈ KD (t) _{gealtert, 70 ° C, 500 Pa}

5.

KD (T+ Δ T) > KD (T), gültig für alle Bindemittelsorten, für τ = const., T = const.

Dies kann an der unterschiedlichen Skaleneinteilung der Ordinaten erkannt werden.

Erläuterung der Abkürzungen in den Punkten 3. bis 5.:

KD (t) _{x Pa} :	Kriechdehnung in Abhängigkeit von der Zeit bei einer Schubspannung von
	x Pa
KD (t) _{Original} :	Kriechdehnung in Abhängigkeit von der Zeit der Originalbindemittel
τ:	Schubspannung
T:	Temperatur
t:	Zeit (Kriechdauer)
KD (T):	Kriechdehnung bei einer Temperatur T
KD (T+ΔT):	Kriechdehnung bei einer Temperatur T+ Δ T; mit T+ Δ T > T

2.3 Auswertung und Interpretation der Versuche

In den nachfolgenden Abschnitten soll die Auswertung und Interpretation der Ergebnisse der Oszillationsversuche und Kriechversuche an Originalbindemitteln und gealterten Bindemitteln mit Hilfe multipler Varianzanalysen und multipler Regressionsanalysen vorgenommen werden.

2.3.1 Multiple Varianzanalysen

Varianzanalysen beruhen auf dem Prinzip der Varianzzerlegung. Die Gesamtvarianz, die sich aus den Streuungen aller Einzelwerte um ihr arithmetisches Gesamtmittel ergibt, wird durch Einführen von arithmetischen Gruppenmittelwerten in Teilvarianzen zerlegt, die den Einflussgrößen und ihren Wechselwirkungen direkt zugeordnet werden können.

2.3.1.1 Oszillationsversuche an Originalbindemitteln (nicht gealtert)

In den vier nächstfolgenden Abschnitten sollen mit Hilfe multipler Varianzanalysen die Einflüsse der systematisch variierten Faktoren, wie z.B. Bindemittelsorte, Temperatur, Frequenz und Deformation auf die Gesamtvariabilität der Merkmalsgrößen Phasenverschiebungswinkel δ und komplexer Schubmodul G* und gleichzeitig die Wechselwirkung zwischen den Faktoren erkannt und qualitativ ermittelt werden. Das Berechnungsprinzip besteht darin, die Faktoren so einzusetzen, dass sich ihre Effekte und Wechselwirkungen sowie die Variabilität dieser Effekte messen, untereinander vergleichen und gegen die zufällige Variabilität abgrenzen lassen.

2.3.1.1.1 Varianzanalyse der vierfachen Klassifikation (Bindemittelsorte, Temperatur, Frequenz, Deformation) für die Merkmalsgrößen δ, G*

Die Versuche zur Ermittlung des Einflusses der systematisch variierten Einflussgrößen auf die z.B. hier gewählte Merkmalsgröße δ wurden so angelegt, dass die festgestellten Änderungen der Merkmalsgröße δ durch die Variation der Bindemittelsorte, der Temperatur, der Frequenz und der Deformation sowie durch Zufallsgrößen bedingt sein kann.

Die Ergebnisse der Varianzanalysen für die Merkmalsgrößen δ , G* sind u.a. in Tabellen, die dem bereits in Abschnitt 2.2.2 genannten Zahlenwerk [4] entnommen werden können, zahlenmäßig dargestellt. Exemplarisch soll der Aufbau solcher Tabellen am Ergebnis für die Ziel-/ Kenngröße δ , die an Originalbindemitteln durch Oszillationsversuche ermittelt worden ist, erläutert werden (siehe Tabelle 2.3.1.1.1).

Anzahl der Stufe Anzahl der Stufe Anzahl der Stufe Anzahl der Stufe	n für Fal n für Fal n für Fal n für Fal	xtor A : 8 xtor B : 4 xtor C : 3 xtor D : 3	Faktor A : E Faktor B : T Faktor C : I Faktor D : I	Bindem Femper Frequei Deform	ittelsorte atur าz ation				
Anzahl der Einze Anzahl der Stufe Gesamtzahl der	lwerte je n insges Finzelwe	e Stufe: 3 amt : 288	Dreifachbe	legung	für die Zielgr	öße: Phi			
			50			10		<u>2</u>	
Ursache	40075	SQ 400004	FG		N	/Q		F (Ursache)	
A	43275	.132361	/		610	82.161766		790.746197	
В	12204	401124	3		400	04.902731 22.210567		522.500815 16.010752	
	204	521600	2		1.	7 760945		0.002672	
	017	0/3/72	21			13 711504		5 501050	
	309	043125	14			22 074509		2 823500	
	115	860347	14			8 275739		1 058531	
BC.	87	588958	6			14 598160		1.867217	
BD	30	167014	6			5 027836		0.643099	
CD	30	.577130	4			7.644282		0.977763	
ABC	464	559375	42			11.060938	1 414779		
ABD	304	.592431	42			7.252201		0.927612	
ACD	252	.090833	28		9.003244			1.151584	
BCD	101	.818333	12		8.484861			1.085279	
ABCD	538	.052222	84		6.405384			0.819298	
Fehler	4503	.246667	576			7.818137			
Total	63465	.563287	863						
Ursache I	-G 1	FG 2	F	Verv Ho-l	/erfung der Hypothese	Var.komponer	nte	Var.anteil [%]	
A	7 576				ja	56.750101		65.97	
В	3	576	2.582		ja	18.713138		21.75	
С	2	576	3.024		ja	0.382074		0.44	
D	2	576	3.024		nein	0.017875		0.02	
AB	21	576	1.570		ja 1.177920			1.37	
AC	14	576	1.701		ja 0.233770			0.27	
AD	14	576	1.701		nein	-0.043731		0.00	
BC	6	576	2.089		nein 0.020246			0.02	
BD	0	576	2.089		nein -0.059776				
	4 576		2.350		nein -0.035817			0.60	
	42 5/6 42 576		1.404		ja noin	0.017204		0.00	
	42 5/0 28 576		1 403		noin 0.094091			0.25	
BCD	20 5/0 12 576		1.495		nein	0.210400		0.20	
ABCD	84	576	1 293		nein	-0 470918		0.10	
Fehler	~ '	0.0	1.200			7.818137		9.09	
Summe						86.027768		100.00	

 $\label{eq:alpha} \frac{\text{Tabelle 2.3.1.1.1.1}}{\text{[4; Tabelle 3.3.1.1.1A]}} \text{Varianzanalyse der vierfachen Klassifikation für die Merkmalsgröße } \delta$

Bei insgesamt vier Variationsursachen für die Veränderung des Phasenverschiebungswinkels δ , nämlich der Bindemittelsorte (Faktor A), der Temperatur (Faktor B), der Frequenz (Faktor C) und der Deformation (Faktor D) sind in der ersten oberen Spalte die Anzahl der jeweiligen Faktoren, die Anzahl der Stufen insgesamt und die Gesamtzahl der Einzelwerte numerisch dargestellt.

Im mittleren Teil der Tabelle sind in der ersten Spalte die Einflussgrößen und deren Wechselwirkungen als Ursache der Variabilität aufgeführt. In der zweiten und der dritten Spalte werden für die einzelnen Variationsursachen die Abweichungsquadratsummen SQ und die zugehörigen Freiheitsgrade FG dargestellt. Die vierte Spalte enthält die mittleren Quadrate MQ als Quotienten aus den Abweichungsquadratsummen und den zugehörigen Freiheitsgraden, aus denen die Schwellenwerte zur Beurteilung der Signifikanz eines Einflusses ermittelt werden können, in dem die einzelnen mittleren Quadrate durch das mittlere Quadrat des Fehlers (hier 7,818137) dividiert werden. Diese Testgrößen F sind unter Berücksichtigung der Freiheitsgrade mit dem Schwellenwert $F_{0,05}$ für eine Irrtumswahrscheinlichkeit von $\alpha = 5$ % zu vergleichen. Ist die Testgröße F größer als der Schwellenwert $F_{0,05}$, so ist der Einfluss einer Variationsursache im statistischen Sinne signifikant und umgekehrt (vgl. unteren Teil der Tabelle, Spalte 5).

Die in der vierten Spalte des mittleren Bereichs der Tabelle aufgelisteten mittleren Quadrate MQ können unter Berücksichtigung des mittleren Quadrates des Fehlers, der Anzahl der Einzelwerte N und der Anzahl der Stufen bei den einzelnen Variationsursachen in Variationskomponenten (vgl. Spalte 6 im unteren Bereich der Tabelle) umgerechnet werden.

Durch Hochrechnen auf 100 ergeben sich die in der letzten Spalte im unteren Bereich der Tabelle 2.3.1.1.1 aufgelisteten Varianzanteile. Diese lassen erkennen, ob und in welchem Maße eine einzelne Variationsursache zur Gesamtvarianz beiträgt. Insbesondere ist ohne Mühe abzulesen, ob das Problem vorrangig durch systematische Einflüsse oder durch den Zufall bestimmt wird.

Im vorliegenden Fall ist der Varianzanteil des Fehlers (zufällige und nicht erklärbare Einflüsse, die nur z.T. auf Messfehler zurückzuführen sind) mit 9,09 % zu registrieren, d.h., der Phasenverschiebungswinkel δ wird zu mehr als 90 % durch systematische Einflüsse bestimmt.

Im allgemeinen Fall wird davon ausgegangen, dass der Phasenverschiebungswinkel δ als eine Funktion der Variablen Sorte, Temperatur T, Frequenz f und Deformation aufzufassen ist. Es gilt daher:

$\delta = f$ (Sorte, T, f, Deformation)

Von den einzelnen o.g. Einflussgrößen wirkt sich die Bindemittelsorte mit einem Varianzanteil von 65,97 % am stärksten auf den Phasenverschiebungswinkel δ aus. Als zweitstärkster Einfluss muss die Temperatur mit einem Varianzanteil von 21,75 %, anschließend der Einfluss der Frequenz mit einem Varianzanteil von 0,44 % noch als signifikanter Einfluss genannt werden. Die Deformation, mit einem Varianzanteil von nur 0,02% ist in diesem Falle als nicht signifikante Einflussgröße zu bezeichnen.

Für den vorliegenden Fall gilt demnach für alle Originalbindemittel:

Einfluss auf δ : Sorte > T >> f >> Deformation

Der Phasenverschiebungswinkel δ kann zu mehr als 88 % durch die Variation der Bindemittelsorte, die Variation der Temperatur und durch die Variation der Frequenz alleine erklärt werden. Die Wechselwirkungen spielen eine vergleichsweise geringe Rolle. Die zufälligen und nicht erklärbaren Einflüsse, beschrieben durch die Restvarianz (Fehler) von 9,09 %, machen deutlich, dass sich die Ermittlung des Phasenverschiebungswinkels δ durch eine hohe Präzision auszeichnet.

Der besseren Übersicht wegen wurden die Ergebnisse der vierfachen Varianzanalyse für die Merkmalsgrößen Phasenverschiebungswinkel δ und komplexer Schubmodul G* in den Abbildungen 2.3.1.1.1.A und 2.3.1.1.1.B in Form von Kreisdiagrammen grafisch dargestellt.



Abbildung 2.3.1.1.1 A: Vierfache Varianzanalyse, Merkmalsgröße δ, acht Originalbindemittelsorten

In der Abbildung 2.3.1.1.1.B ist das Ergebnis der vierfachen Varianzanalyse für die Merkmalsgröße komplexer Schubmodul G* für die acht Originalbindemittelsorten grafisch wiedergegeben.

Es kann abgelesen werden:

Hervorzuheben ist, dass die Wechselwirkung zwischen der Bindemittelsorte und der Temperatur hier mit einem Varianzanteil von 20,9 % bestimmt worden ist. Erfreulicherweise wurde für den Fehler ein Varianzanteil von 0,9 % ermittelt. Das zeigt noch einmal deutlich, dass die Ermittlung des komplexen Schubmoduls G* mit Hilfe des Oszillationsversuches mit einer sehr hohen Präzision durchgeführt werden kann.

Komplexer Schubmodul G*



Abbildung 2.3.1.1.1.B: Vierfache Varianzanalyse, Merkmalsgröße G*, acht Originalbindemittelsorten

Zusammenfassend lässt sich für die Variabilität der Merkmalsgrößen Phasenverschiebungswinkel δ und komplexer Schubmodul G* konstatieren, dass ein großer Einfluss, wie auch nicht anders zu erwarten ist, von der Prüftemperatur T ausgeht. Weiterhin kann festgehalten werden, dass die Bindemittelsorte und die Frequenz einen signifikanten Einfluss auf die Variabilität der zwei Merkmalsgrößen ausüben.

In dem nächstfolgenden Abschnitt soll durch die Eliminierung der Temperatur noch genauer der Einfluss der Bindemittelsorte, der Frequenz und der Deformation auf die Ermittlung der Merkmalsgrößen Phasenverschiebungswinkel δ und komplexer Schubmodul G^{*} untersucht werden.

2.3.1.1.2 Varianzanalyse der dreifachen Klassifikation (Bindemittelsorte, Frequenz, Deformation) für die Merkmalsgrößen δ, G* in Abhängigkeit von der Temperatur T

Wie aus dem vorherigen Abschnitt hervorgeht, übt die Temperatur auf die Ermittlung der Merkmalsgrößen einen großen Einfluss aus. Daher soll hier durch eine dreifache Varianzanalyse der Frage nachgegangen werden, inwieweit durch die systematische Variation der Bindemittelsorte, der Frequenz und der Deformation die Merkmalsgrößen in Abhängigkeit von der gewählten Prüftemperatur beeinflusst werden.

In den Abbildungen 2.3.1.1.2.A bis 2.3.1.1.2.D sind die Ergebnisse der dreifachen Varianzanalyse für die Ermittlung des Phasenverschiebungswinkels δ für die Temperaturen T₁ = 50 °C, T₂ = 60 °C, T₃ = 70 °C und T₄ = 80 °C grafisch wiedergegeben. Der folgende Zusammenhang kann für alle Temperaturstufen aus den Abbildungen abgelesen werden:

Einfluss auf δ : Sorte >> f > Deformation; T = const.

Die Wechselwirkungen der gewählten Variationen können bei allen Temperaturstufen vernachlässigt werden. Es zeigt sich, dass die Restvarianz, also der Fehler, bei einer Temperatur von T₁ = 50 °C mit 9,1 %, bei einer Temperatur von T₂ = 60 °C mit 31,1 % ermittelt wurde. Auffallend ist der relativ große Fehleranteil (zufällige und nicht erklärbare Einflüsse) bei einer Temperatur von T₂ = 60 °C. Hieraus kann nicht unmittelbar geschlossen werden, dass Prüfungenauigkeiten zu diesem Ergebnis führten.

Bei den Temperaturen von $T_3 = 70$ °C und $T_4 = 80$ °C sind die Fehler, also die Streuungen, die nicht durch die systematische Variation der Einflussgrößen erklärbar sind, wieder sehr gering. Es wurden für den Fehler Varianzanteile von 0,4 % bzw. 1,7 % errechnet.



Phasenverschiebungswinkel δ , T = 50 °C

Abbildung 2.3.1.1.2.A: Dreifache Varianzanalyse, Merkmalsgröße δ, acht Originalbindemittelsorten, T = 50 ° C

Phasenverschiebungswinkel δ, T = 60 °C



Abbildung 2.3.1.1.2.B:Dreifache Varianzanalyse, Merkmalsgröße δ, acht Originalbin-
demittelsorten, T = 60 ° C



Abbildung 2.3.1.1.2.C: Dreifache Varianzanalyse, Merkmalsgröße δ , acht Originalbindemittelsorten, T = 70 ° C

Phasenverschiebungswinkel δ , T = 80 °C



Abbildung 2.3.1.1.2.D: Dreifache Varianzanalyse, Merkmalsgröße δ, acht Originalbindemittelsorten, T = 80 ° C

Die Ergebnisse der dreifachen Varianzanalysen für die Merkmalsgröße komplexer Schubmodul G* können den Abbildungen 2.3.1.1.2.E bis Abbildung 2.3.1.1.2.H entnommen werden. Demnach kann für alle Temperaturstufen die folgende Beziehung aufgestellt werden:

Die Wechselwirkung zwischen der Bindemittelsorte und der Frequenz beeinflusst die Merkmalsgröße G* mit Varianzanteilen von 10,5 % bis 13,4 % signifikant.

Tendenziell lässt sich erkennen, dass der Einfluss der Frequenz sowie die Wechselwirkung zwischen der Bindemittelsorte und der Frequenz mit höher werdender Temperatur leicht zunimmt. Erfreulich ist wiederum das Ergebnis der Restvarianz. Der Restfehler ist mit Werten zwischen 0,9 % bis 2,0 % als außerordentlich klein einzuschätzen, d.h., dass zufällige nicht erklärbare Einflüsse praktisch nicht vorhanden sind.

Komplexer Schubmodul G *, T = 50 °C



Abbildung 2.3.1.1.2.E: Dreifache Varianzanalyse, Merkmalsgröße G*, acht Originalbindemittelsorten, T = 50 ° C



Abbildung 2.3.1.1.2.F: Dreifache Varianzanalyse, Merkmalsgröße G*, acht Originalbindemittelsorten, T = 60 ° C







Abbildung 2.3.1.1.2.H: Dreifache Varianzanalyse, Merkmalsgröße G*, acht Originalbindemittelsorten, T = 80 ° C

2.3.1.1.3 Varianzanalyse der dreifachen Klassifikation (Temperatur, Frequenz, Deformation) für die Merkmalsgrößen δ , G* der acht untersuchten Bindemittelsorten

In diesem Abschnitt soll für jede Bindemittelsorte getrennt untersucht werden, welchen Einfluss Veränderungen der Temperatur, Frequenz und Deformation auf die Merkmalsgrößen δ , G* ausüben können.

In der Tabelle 2.3.1.1.3.A wurden die Ergebnisse von dreifachen Varianzanalysen für die acht untersuchten Bindemittelsorten in tabellarischer Form dargestellt. Der Tabelle können die Varianzanteile der Einflussfaktoren für die Temperatur, der Frequenz, der Deformation und die Restvarianz (Fehler) getrennt für jede Bindemittelsorte entnommen werden. Auf die Darstellung der Wechselwirkungen der Einflussgrößen wurde verzichtet, da diese nachweislich praktisch keinen Einfluss auf die Bestimmung der Merkmalsgrößen ausüben.

Bindemittel-	P	hasenversc	hiebungswink	el δ	Komplexer Schubmodul G*						
sorte	Einfluss Temperatur	Einfluss Frequenz	Einfluss Deformation	Restvarianz (Fehler)	Einfluss Temperatur	Einfluss Frequenz	Einfluss Deformation	Restvarianz (Fehler)			
30/45 Hersteller 1	34,9	4,4	0	58,4	75,9	6,0	0	2,7			
70/100 Hersteller 1	86,9	4,5	0,2	7,2	71,2	7,0	0	0,6			
PmB 45 A Hersteller 1	73,9	0	0	19,8	75,5	6,5	0	0,4			
PmB H Hersteller 4	90,4	0,9	0	5,5	76,4	9,1	0	0,3			
PmB 25 A Hersteller 2	95,7	0,1	0,1	3,8	77,8	6,5	0	0,5			
PmB 45 A Hersteller 2	92,4	2,1	0	3,8	79,9	8,4	0	1,5			
PmB H Hersteller 2	95,3	95,3 0 0		2,0	82,5	4,1	0	0,1			
PmB 25 A Hersteller 3	94,9	3,0	0	1,6	81,6	6,6	0	0,8			

Tabelle 2.3.1.1.3.A: Ergebnisse der dreifachen Varianzanalyse: Varianzanteile der Einflussgrößen Temperatur, Frequenz, Deformation und der Restvarianz (Fehler) für die Merkmalsgrößen Phasenverschiebungswinkel δ, komplexer Schubmodul G* der acht untersuchten Bindemittelsorten Aus der Tabelle 2.3.1.1.3.A kann abgelesen werden, dass bei **allen Bindemittelsorten die Temperatur den größten Einfluss** auf die Bestimmung der Merkmalsgrößen δ und G* ausübt. Die **Ausnahme** bildet die Bindemittelsorte **30/45**, bei der nur ein Varianzanteil von 34,9 **für** die Bestimmung des Phasenverschiebungswinkels δ errechnet worden ist.

Die Bestimmung des Phasenverschiebungswinkels δ wird durch die Variation der Frequenz unterschiedlich beeinflusst. Für die Bindemittelsorte PmB 45 A Hersteller 1, PmB H Hersteller 2 und PmB 25 A Hersteller 2 ist der Einfluss der Frequenz auf die Bestimmung des Phasenverschiebungswinkels δ nicht erkennbar. Für die anderen Bindemittelsorten kann ein signifikanter Einfluss der Frequenz auf die Bestimmung des Phasenverschiebungswinkels δ festgestellt werden, obwohl die Varianzanteile eher gering ausfallen.

Für die Bestimmung des komplexen Schubmoduls G* übt die Frequenz noch einen signifikanten Einfluss aus, wobei die Varianzanteile deutlich geringer ausfallen als die Varianzanteile der Temperatur. Die Deformation hat auf die Bestimmung der hier untersuchten Merkmalsgrößen praktisch keinen Einfluss. Dies gilt für alle untersuchten Bindemittelsorten gleichermaßen.

Erfreulich sind die errechneten Restvarianzen bzw. Fehler, die bis auf eine Ausnahme als sehr gering einzustufen sind.

2.3.1.1.4 Varianzanalyse der zweifachen Klassifikation (Frequenz, Deformation) für die Merkmalsgrößen δ , G* der acht untersuchten Bindemittel in Abhängigkeit von der Temperatur T

In diesem Abschnitt soll durch eine Varianzanalyse der zweifachen Klassifikation (Frequenz, Deformation) untersucht werden, welchen Einfluss bei Eliminierung der Temperatur T die Frequenz und die Deformation noch auf die Bestimmung der Merkmalsgrößen δ , G^{*} ausüben können.

Die errechneten Varianzanteile für die Frequenz in Abhängigkeit der Merkmalsgrößen und der Prüftemperatur T wurden in den Abbildungen 2.3.1.1.4.A bis 2.3.1.1.4.H getrennt für jede Bindemittelsorte in Form von Netzdiagrammen dargestellt.

Aus diesen Abbildungen kann erkannt werden, dass die Bestimmung des komplexen Schubmoduls G* sehr wohl von der Variabilität der Frequenz bestimmt wird. Dies gilt sowohl für die Straßenbaubitumen als auch für die polymer- oder auch höher polymermodifizierten Bindemittel.

Der **Einfluss der Frequenz auf die Bestimmung** des Phasenverschiebungswinkels δ fällt für die **untersuchten Bindemittelsorten recht unterschiedlich** aus. Eine Systematik kann aus den Abbildungen nicht abgeleitet werden. Festzustellen ist u.a., dass das "weiche Bindemittel" 70/100 auf die Variabilität der Frequenz bei einer Temperatur von T₁ = 50 °C am stärksten reagiert.

In den Abbildungen 2.3.1.1.4A bis 2.3.1.1.4H sind auch die Ergebnisse der Merkmalsgrößen G', G" und η^* dargestellt, die aber im Rahmen dieser Veröffentlichung nicht weiter betrachtet werden.



Abbildung 2.3.1.1.4.A: **Zweifache Varianzanalyse**: Einfluss der **Frequenz** auf **G***, δ , G', G^{*}, η^* in Abhängigkeit von der **Temperatur** für Bindemittelsorte **30/45 Hersteller 1**



Abbildung 2.3.1.1.4.B: **Zweifache Varianzanalyse**: Einfluss der **Frequenz** auf **G***, δ , G', G'', η^* in Abhängigkeit von der **Temperatur** für Bindemittelsorte **70/100 Hersteller 1**



Abbildung 2.3.1.1.4.C: **Zweifache Varianzanalyse**: Einfluss der Frequenz auf **G***, δ , G', G", η^* , in Abhängigkeit von der **Temperatur** für Bindemittelsorte **PmB 45 A Hersteller 1**



Abbildung 2.3.1.1.4.D: **Zweifache Varianzanalyse**: Einfluss der Frequenz auf **G***, δ , G', G", η^* , in Abhängigkeit von der **Temperatur** für Bindemittelsorte **PmB H Hersteller 4**



Abbildung 2.3.1.1.4.E: **Zweifache Varianzanalyse**: Einfluss der Frequenz auf **G***, δ , G', G", η^* , in Abhängigkeit von der **Temperatur** für Bindemittelsorte **PmB 25 A Hersteller 2**



Abbildung 2.3.1.1.4.F: Zweifache Varianzanalyse: Einfluss der Frequenz auf G*, δ , G', G", η^* , in Abhängigkeit von der Temperatur für Bindemittelsorte PmB 45 A Hersteller 2



Abbildung 2.3.1.1.4.G: **Zweifache Varianzanalyse**: Einfluss der Frequenz auf **G**^{*}, δ , G', G", η^* , in Abhängigkeit von der **Temperatur** für Bindemittelsorte **PmB H Hersteller 2**



Abbildung 2.3.1.1.4.H: **Zweifache Varianzanalyse**: Einfluss der Frequenz auf **G***, δ , G', G", η^* , in Abhängigkeit von der **Temperatur** für Bindemittelsorte **PmB 25 A Hersteller 3**

2.3.1.2 Oszillationsversuche an gealterten Bindemitteln (RTFOT-Verfahren)

In den Abschnitten 2.3.1.2.1 bis 2.3.1.2.4 sollen mit Hilfe multipler Varianzanalysen die Einflüsse der systematisch variierten Faktoren auf die Gesamtvariabilität der Merkmalsgrößen an den gealterten Bindemittelsorten nach dem RTFOT-Verfahren qualitativ ermittelt werden. Hierbei soll das gleiche Prozedere angewendet werden wie bei den nicht gealterten Originalbindemittelsorten (vgl. Abschnitte 2.3.1.1.1 bis 2.3.1.1.4).

2.3.1.2.1 Varianzanalyse der vierfachen Klassifikation (Bindemittelsorte, Temperatur, Frequenz, Deformation) für die Merkmalsgrößen δ, G* nach Alterung

Die Versuche zur Ermittlung des Einflusses der systematisch variierten Einflussgrößen auf die gewählten Merkmalsgrößen an den nach dem RTFOT-Verfahren gealterten Bindemittelsorten wurden wiederum so angelegt, dass die festgestellten Änderungen der Merkmalsgrößen durch die Variation der Bindemittelsorte, der Temperatur, der Frequenz und der Deformation sowie durch Zufallsgrößen bedingt sein kann.



Abbildung 2.3.1.2.1.A: Vierfache Varianzanalyse, Merkmalsgröße δ , acht gealterte Bindemittelsorten

In den Abbildungen 2.3.1.2.1.A und 2.3.1.2.1.B sind die Ergebnisse der vierfachen Varianzanalyse in Form der bekannten Kreisdiagramme wiedergegeben.

Aus der Abbildung 2.3.1.2.1A kann folgende Beziehung für alle gealterten Bindemittel abgelesen werden:

Einfluss auf δ : Sorte > T >> f > Deformation

Die Wechselwirkungen der Variationsursachen Bindemittelsorte, Temperatur, Frequenz und Deformation treten aufgrund ihrer geringen und zum Teil nicht einmal signifikanten Varianzanteile völlig in den Hintergrund. Der **Restfehler** ist mit 0,7 % als **außerordentlich klein** einzuschätzen, d.h., das **zufällige** und **nicht erklärbare Einflüsse praktisch nicht vorhanden sind.** Der folgende Zusammenhang wird für alle gealterten Bindemittel durch die Abbildung 2.3.1.2.1.B veranschaulicht:

Einfluss auf G* : T >> Sorte > Frequenz >> Deformation

Interessant ist, dass die Wechselwirkungen zwischen der Bindemittelsorte und der Temperatur als signifikant bezeichnet werden müssen. Der Varianzanteil wurde mit 18,9 % bestimmt.



Abbildung 2.3.1.2.1.B:

Vierfache Varianzanalyse, Merkmalsgröße G*, acht gealterte Bindemittelsorten

Weitere Wechselwirkungen treten aufgrund der geringen Varianzanteile völlig in den Hintergrund. Auch hier ist erfreulich, dass der **Fehler als außerordentlich gering bezeichnet** werden muss, da der **Varianzanteil zu 0,5 %** berechnet worden ist.

2.3.1.2.2 Varianzanalyse der dreifachen Klassifikation (Bindemittelsorte, Frequenz, Deformation) für die Merkmalsgrößen δ , G* nach Alterung in Abhängigkeit von der Temperatur T

In diesem Abschnitt soll durch dreifache Varianzanalysen herausgefunden werden, wie die Merkmalsgrößen G^{*} und δ durch die systematische Variation der Bindemittelsorte, der Frequenz und der Deformation in Abhängigkeit von der Temperatur T beeinflusst werden.

Aus den Abbildungen 2.3.1.2.2.A bis 2.3.1.2.2.D folgt für alle betrachteten Temperaturstufen bei den durch das RTFOT-Verfahren gealterten Bindemittelsorten der nachfolgend angegebene Zusammenhang:

Einfluss auf	δ : Sorte >>>	Frequenz >> Deformation:	T = const.

Wiederum erfreulich ist, dass der Fehler mit Werten zwischen 0,1 % bis 3,5 % als außerordentlich klein einzuschätzen ist. Es zeigt sich, dass **die Ermittlung des Phasenverschiebungswinkels** δ **mit einer sehr hohen Präzision möglich ist.**



Abbildung 2.3.1.2.2.A: Dreifache Varianzanalyse, Merkmalsgröße δ , acht gealterte Bindemittelsorten, T = 50 °C



Abbildung 2.3.1.2.2.B: Dreifache Varianzanalyse, Merkmalsgröße δ , acht gealterte Bindemittelsorten, T = 60 °C





Abbildung 2.3.1.2.2.C: Dreifache Varianzanalyse, Merkmalsgröße δ , acht gealterte Bindemittelsorten, T = 70 °C





Anhand der Abbildungen z.B. 2.3.1.2.2.E bis 2.3.1.2.2.H kann für alle betrachteten Temperaturstufen die folgende Beziehung, die auf den Ergebnissen der gealterten Bindemittel basiert, abgelesen werden:



Die Wechselwirkung zwischen der Bindemittelsorte und der Frequenz sind signifikant mit Varianzanteilen zwischen 9,8 % und 10,5 %. Die nicht erklärbaren Einflüsse wurden mit Varianzanteilen von 0,8 % bis 1,2 % errechnet.



Abbildung 2.3.1.2.2.E: Dreifache Varianzanalyse, Merkmalsgröße G*, acht gealterte Bindemittelsorten, T = 50 °C



Komplexer Schubmodul G *, nach Alterung, Temperatur: T = 60 °C

Abbildung 2.3.1.2.2.F: Dreifache Varianzanalyse, Merkmalsgröße G*, acht gealterte Bindemittelsorten, T = 60 °C



Abbildung 2.3.1.2.2.G: Dreifache Varianzanalyse, Merkmalsgröße G*, acht gealterte Bindemittelsorten, T = 70 °C



Abbildung 2.3.1.2.2.H: Dreifache Varianzanalyse, Merkmalsgröße G*, acht gealterte Bindemittelsorten, T = 80 °C

2.3.1.2.3 Varianzanalyse der dreifachen Klassifikation (Temperatur, Frequenz, Deformation) für die Merkmalsgrößen δ , G* der acht gealterten Bindemittelsorten

Genauso wie bei den nicht gealterten Bindemittelsorten (vgl. Abschnitt 2.3.1.1.3) wurden auch hier dreifache Varianzanalysen für die aus DSR-Versuchen o.g. ermittelten Merkmalsgrößen und Einflussgrößen getrennt für jede gealterte Bindemittelsorte gerechnet.

Eine Zusammenfassung der Ergebnisse ist in der Tabelle 2.3.1.2.3.A tabellarisch dargestellt.

Unschwer kann aus dieser Tabelle abgelesen werden, dass **die Temperatur**, am **stärksten** die Merkmalsgrößen **Phasenverschiebungswinkel** δ **und komplexer Schubmodul G* beeinflusst**. Dieses gilt für **alle gealterten Bindemittelsorten**, wobei einige tendenzielle Änderungen in Abhängigkeit der Bindemittelsorte zu erkennen sind.

Die Variation der **Frequenz** übt auf die untersuchten gealterten Bindemittelsorten **ebenfalls noch einen signifikanten Einfluss aus**. Die Varianzanteile sind aber praktisch in einem einstelligen Bereich vor dem Komma errechnet worden.

Die Deformation hat für alle gealterten Bindemittelsorten keinen Einfluss auf die Bestimmung der Merkmalsgrößen im DSR-Versuch. Erfreulicherweise ist der Rest- bzw. Zufallseinfluss mit Varianzanteilen von 0,2 bis 7,7 % als sehr gering zu beurteilen.

Bindemittel-	Ph	asenversch	iebungswink	el δ	Komplexer Schubmodul G*					
Alterung	Einfluss Temperatur	Einfluss Frequenz	Einfluss Deformation	Restvarianz (Fehler)	Einfluss Temperatur	Einfluss Frequenz	Einfluss Deformation	Restvarianz (Fehler)		
30/45 Hersteller 1	88,1	3,3	0,1	7,7	79,4	5,1	0	0,8		
70/100 Hersteller 1	85,0	13,0	0	0,5	74,2	6,0	0	0,3		
PmB 45 A Hersteller 1	91,8	5,2	0	0,2	78,7	6,1	0	0,1		
PmB H Hersteller 4	75,8	6,5	0	1,4	75,4	8,9	0	0,7		
PmB 25 A Hersteller 2	97,9	0,1	0,3	1,2	80,1	6,6	0	0,8		
PmB 45 A Hersteller 2	95,6	2,2	0	1,2	81,6	6,9	0	1,0		
PmB H Hersteller 2	93,7	0	0,2	1,3	84,1	5,1	0	0,5		
PmB 25 A Hersteller 3	93,3	1,6	0	4,4	81,0	6,8	0	0,3		

Tabelle 2.3.1.2.3.A:Ergebnisse der dreifachen Varianzanalyse: Varianzanteile der Einflussgrößen Temperatur,
Frequenz, Deformation und der Restvarianz (Fehler) für die Merkmalsgrößen Phasen-
verschiebungswinkel δ, komplexer Schubmodul G* der nach dem RTFOT-Verfahren gealterten
Bindemittelsorten

2.3.1.2.4 Varianzanalyse der zweifachen Klassifikation (Frequenz, Deformation) für die Merkmalsgrößen δ , G* der acht gealterten Bindemittelsorten in Abhängigkeit von der Temperatur T

Im vorherigen Abschnitt wurde klar herausgearbeitet, dass die Temperatur einen außeroordentlich starken Einfluss auf die Ermittlung der Merkmalsgrößen ausübt. Wie bereits schon bei den nicht gealterten Bindemittelsorten soll auch hier an den gealterten Bindemittelsorten mittels zweifacher Varianzanalyse untersucht werden, welchen Einfluss bei Eliminierung der Temperatur T die Frequenz und schließlich die Deformation auf die Bestimmung der Merkmalsgrößen ausüben kann. Dieses wurde getrennt für jede gealterte Bindemittelsorte untersucht. Die Ergebnisse dieser Untersuchungen können dem im Abschnitt 2.2.2 erwähnten Zahlenwerk [4] entnommen werden.

Als wesentliche Ergebnisse kann festgehalten werden, dass

- 1. **die Frequenz** bis auf wenige Ausnahmen einen **sehr großen Einfluss** auf die Bestimmung der Merkmalsgrößen der acht gealterten Bindemittelsorten ausübt,
- 2. die Deformation in der Mehrzahl der Fälle praktisch keinen Einfluss hat und
- 3. **die Restvarianz** bzw. der Fehler in der Mehrzahl der Fälle **als gering** eingestuft werden kann.

Wie bereits schon bei den nicht gealterten Bindemittelsorten wurden auch hier die errechneten Varianzanteile für die Frequenz in Abhängigkeit der Merkmalsgrößen und der Prüftemperatur T in Form von Netzdiagrammen dargestellt (vgl. Abbildungen 2.3.1.2.4.A bis 2.3.1.2.4.H).

In den Abbildungen 2.3.1.2.4.A bis 2.3.1.2.4.H sind auch die Ergebnisse der Merkmalsgrößen G', G", η^* dargestellt, die im Rahmen dieser Veröffentlichung jedoch nicht weiter betrachtet werden.

Der Einfluss der Frequenz auf die Bestimmung des komplexen Schubmoduls G* ist bei allen gealterten Bindemittelsorten und bei den gewählten Prüftemperaturen sehr stark ausgeprägt.

Der Einfluss der Frequenz auf die Bestimmung des Phasenverschiebungswinkels δ ist von der Bindemittelsorte abhängig.

Bei dem gealterten Straßenbaubitumen der Sorte **30/45 verliert** sich der **Einfluss der Frequenz** bei Temperaturen von **70 °C** bzw. **80 °C** (vgl. Abbildung 2.3.1.2.4.A). Bei der Bindemittelsorte **70/100** nach Alterung macht sich dieses Phänomen schon ab einer Temperatur von **T = 60 °C** bemerkbar. Für das Bitumen **PmB 25 A Hersteller 2** nach Alterung gilt, dass die **Frequenz** insgesamt **nur einen sehr geringen Einfluss auf** die Bestimmung des Phasenverschiebungswinkels δ ausübt. Der **größte Einfluss** ist bei einer Temperatur von **T = 70 °C** noch zu erkennen (vgl. Abbildung 2.3.1.2.4.E).

Dass der Einfluss der Frequenz bei verschiedenen Prüftemperaturen sehr unterschiedlich auf die Bestimmung des Phasenverschiebungswinkels δ ausfallen kann, zeigen die Bitumensorten PmB 45 A Hersteller 2, PmB H Hersteller 2 und PmB 25 A Hersteller 3 nach Alterung (vgl. Abbildung 2.3.1.2.4.F bis 2.3.1.2.4.H).





Zweifache Varianzanalyse: Einfluss der Frequenz G*, δ , G', G", η^* in Abhängigkeit von der Temperatur T für Bindemittelsorte 30/45 Hersteller 1 nach Alterung



Abbildung 2.3.1.2.4.B:

Zweifache Varianzanalyse: Einfluss der Frequenz G*, δ , G', G'', η^* in Abhängigkeit von der Temperatur T für Bindemittelsorte 70/100 Hersteller 1 nach Alterung





Zweifache Varianzanalyse: Einfluss der Frequenz G*, δ , G', G", η^* in Abhängigkeit von der Temperatur T für Bindemittelsorte PmB 45 A Hersteller 1 nach Alterung



Abbildung 2.3.1.2.4.D:

Zweifache Varianzanalyse: Einfluss der **Frequenz G***, δ , G', **G'**, η^* in Abhängigkeit von der **Temperatur** T für Bindemittelsorte **PmB H Hersteller 4** nach Alterung





Zweifache Varianzanalyse: Einfluss der Frequenz G*, δ , G', G", η^* in Abhängigkeit von der Temperatur T für Bindemittelsorte PmB 25 A Hersteller 2 nach Alterung



Abbildung 2.3.1.2.4.F:

Zweifache Varianzanalyse: Einfluss der Frequenz G*, δ , G', G', η^* in Abhängigkeit von der Temperatur T für Bindemittelsorte PmB 45 A Hersteller 2 nach Alterung



Abbildung 2.3.1.2.4.G:

Zweifache Varianzanalyse: Einfluss der Frequenz G*, δ , G', G', η^* in Abhängigkeit von der Temperatur T für Bindemittelsorte PmB H Hersteller 2 nach Alterung





Zweifache Varianzanalyse: Einfluss der Frequenz G*, $\delta,$ G', G", η^* in Abhängigkeit von der Temperatur T für Bindemittelsorte PmB 25 A Hersteller 3 nach Alterung

2.3.1.3 Einfluss der Alterung auf die Ergebnisse der Oszillationsversuche

In dem nachfolgenden Abschnitt soll der mögliche qualitative Einfluss der Alterung mit in die Betrachtung der Einflussgrößen aufgenommen werden. Es soll untersucht werden, inwieweit auch evtl. die Alterung nach dem RTFOT-Verfahren die Merkmalsgrößen der acht untersuchten Bindemittelsorten in Abhängigkeit von den vier gewählten Prüftemperaturen beeinflussen kann.

2.3.1.3.1 Varianzanalyse der vierfachen Klassifikation (Alterung, Bindemittelsorte, Frequenz, Deformation) für die Merkmalsgrößen δ, G* in Abhängigkeit von der Temperatur T

Die Ergebnisse dieser vierfachen Varianzanalyse sind in der Tabelle 2.3.1.3.1.A zusammenfassend dargestellt.

Das Zahlenwerk [4] gibt sämtliche Ergebnisse in Form von Kreisdiagrammen und die dazugehörigen numerischen Werte wieder.

Nach Betrachtung der Tabelle 2.3.1.3.1.A wird deutlich, dass

- 1. **die Deformation** und praktisch **alle Wechselwirkungen keinen Einfluss** auf die Ermittlung der Merkmalsgrößen ausüben können und
- 2. die Wechselwirkung zwischen Alterung und Bindemittelsorte eine Ausnahme darstellt.

Merkmals-	T = 50 °C T = 60						T = 60 °C	= 60 °C T = 70 °C					T = 80 °C							
größe	Einfluss					Einfluss				Einfluss					Einfluss					
	Alterung	Sorte	Frequenz	Wechsel- wirkung Alterung Sorte	Rest- varianz	Alterung	Sorte	Frequenz	Wechsel- wirkung Alterung Sorte	Rest- varianz	Alterung	Sorte	Frequenz	Wechsel- wirkung Alterung Sorte	Rest- varianz	Alterung	Sorte	Frequenz	Wechsel- wirkung Alterung Sorte	Rest- varianz
Phasen- verschiebungs- winkel δ	6,2	72,0	0	14,2	6,1	7,2	65,9	0,6	9,6	15,7	10,2	84,2	0,9	4,0	0,2	10,8	84,0	1,4	2,3	0,8
komplexer Schubmodul G*	3,1	14,4	27,7	43,0	1,5	5,2	25,7	29,2	27,8	1,0	5,1	34,4	29,0	19,1	1,0	4,3	38,5	31,0	14,0	1,1

Tabelle 2.3.1.3.1.A:Ergebnisse der vierfachen Varianzanalyse: Varianzanteile der Einflussgrößen Alterung, Bindemittelsorte,
Frequenz, Wechselwirkung Alterung-Bindemittelsorte und der Restvarianz (Fehler) für die Merkmalsgrößen
Phasenverschiebungswinkel δ, komplexer Schubmodul G* der acht untersuchten Bindemittelsorten vor und
nach der Alterung

Aus der Tabelle 2.3.1.3.1A können die Varianzanteile für die relevanten Einflussgrößen Alterung, Bindemittelsorte, Frequenz und die Wechselwirkung zwischen der Alterung und der Bindemittelsorte, sowie die Restvarianz (Fehler) in Abhängigkeit der gewählten Prüftemperatur T für die Merkmalsgrößen G^{*} und δ getrennt abgelesen werden.

Für die Ermittlung des **Phasenverschiebungswinkels** δ gilt, dass die **Alterung** sehr wohl einen **signifikanten Einfluss bei allen Prüftemperaturen** ausübt. Dabei kann tendenziell festgehalten werden, dass mit **zunehmender Temperatur** der **Einfluss der Alterung** mit einem Varianzanteil von 6,2 % auf einen Varianzanteil von 10,8 % **ansteigt**.

Vorrangig wird aber die Bestimmung des Phasenverschiebungswinkels δ durch die Wahl der Bindemittelsorte bestimmt. Die Varianzanteile liegen in Abhängigkeit von der Prüfteemperatur T zwischen 65,9 % bis 84,2 %.

Für die **Frequenz** kann der Einfluss auf die Bestimmung des Phasenverschiebungswinkels δ bei dieser systematischen Variation der Einflussgrößen **praktisch vernachlässigt** werden (Varianzanteile von 0,0 % bis max. 1,4 %). **Nicht zu vernachlässigen** ist der signifikante Einfluss der **Wechselwirkung zwischen** der **Alterung und der Bindemittelsorte**, der mit **zunehmender Temperatur tendenziell abnimmt** (Varianzanteile von 14,2 % abnehmend auf einen Varianzanteil von 2,3 %). Für die ungeklärte Restvarianz (Fehler) wurden Varianzanteile von 0,2 % bis 15,7 % errechnet.

Auch auf die Bestimmung des **komplexen Schubmoduls G*** hat die **Alterung** einen signifikanten Einfluss, obwohl die Varianzanteile von 3,1 % bis 5,2 % **eher gering** ausfallen. Interessant ist, dass die **Bindemittelsorte** als Einflussgröße **nicht mehr so dominant** vorherrscht **wie** bei der Bestimmung des Phasenverschiebungswinkels δ . Hier wurden signifikante Varianzanteile von 14,4 % bis 38,5 % gefunden.

Der Einfluss der **Frequenz** ist bei der Bestimmung des **komplexen Schubmoduls G*** wiederum als **signifikante Einflussgröße** im **Gegensatz** zur Bestimmung des Phasenverschiebungswinkels δ mit Varianzanteilen von 24,7 % bis 31,0 % in Abhängigkeit der Prüftemperatur T **vorhanden**. Einen nicht zu übersehenden **Einfluss** übt auch die o.g. **Wechselwirkung** aus. Die signifikanten Varianzanteile liegen zwischen 14,0 % und 43,0 %. Tendenziell kann konstatiert werden, dass mit **zunehmender Prüftemperatur T dieser Einfluss** jedoch **abnimmt**. Sehr erfreulich ist, dass die **Restvarianz** mit Varianzanteilen von nur 1,0 % bis 1,5 % ermittelt worden ist.

Das Ergebnis der vierfachen Varianzanalyse zeigt, dass bei der hier gewählten systematischen Variation der Einflussgrößen Alterung, Bindemittelsorte, Frequenz, Deformation und der Temperatur T der Einfluss der Alterung mittels RTFOT-Verfahren erkannt werden kann, obwohl andere Einflussgrößen, wie z.B. die Bindemittelsorte, oftmals einen dominanteren Einfluss auf die Bestimmung der Merkmalsgrößen ausüben. Die Varianzanteile des Zufalls (Fehler) sind für die hier untersuchten Merkmalsgrößen als außerordentlich gering zu bezeichnen.
2.3.1.4 Kriechversuche an den acht Original- und nach dem RTFOT-Verfahren gealterten Bindemittelsorten

Im Folgenden soll untersucht werden, in welchem Maße die systematisch variierten Einflussgrößen Alterung, Bindemittelsorte, Schubspannung und Temperatur für die Unterschiede in den Ergebnissen für die Kriechdehnung nach t = 0,062 Sekunden, t = 180 Sekunden und Kriechdehnung nach einer Kriecherholungsdauer von t = 600 Sekunden und der aus dem linearen Anteil der Zeit-Verformungskurve in Kriechversuchen ermittelten Viskosität verantwortlich sind.

2.3.1.4.1 Varianzanalyse der vierfachen Klassifikation (Alterung, Bindemittelsorte, Schubspannung, Temperatur) für die Merkmalsgrößen Kriechdehnung bei t = 0,062 s, t = 180 s, nach einer Kriecherholungsdauer von t = 600 s und Viskosität

Als Einflussgrößen, die ursächlich die Merkmalsstreuungen bedingen, werden die Alterung, die acht Bindemittelsorten, die gewählten Schubspannungen und die gewählten Prüfteemperaturen zunächst als Faktoren in die multiple Varianzanalyse eingeführt, um die Stärke ihrer Einflüsse auf die Streuungen der experimentell gewonnenen Daten abzuschätzen.

In den Abbildungen 2.3.1.4.1.A bis 2.3.1.4.1.D sind die Ergebnisse der vierfachen Varianzanalyse in Form von Kreisdiagrammen grafisch dargestellt. Als **Merkmalsgrößen** wurden hier die **Kriechdehnung nach einer Zeit von t = 0,062 s**, d.h. unmittelbar nach Aufbringen der konstanten Schubspannung, die **Kriechdehnung nach einer Zeit von t = 180 s** - entspricht der Maximaldehnung, die sich aufgrund der gewählten Versuchsbedingungen nach t = 180 s eingestellt hat -, die **Kriechdehnung nach einer Kriecherholungsdauer von t = 600 s**, das ist die Verformung, die sich nach der Entlastung der Probe als Restdehnung bzw. als verbleibende Dehnung bei Versuchsende ergab und schließlich die Merkmalsgröße **Viskosität**, die aus dem linearen Teil der Zeitverformungskurve mittels der Software im DSR-Gerät berechnet werden kann, eingeführt.

Bei Betrachtung der Kriechdehnungen nach t = 0,062 s, t = 180 s und nach einer Kriecherholungsdauer von t = 600 s, vgl. Abbildung 2.3.1.4.1.A bis Abbildung 2.3.1.4.1.C, wird deutlich, dass die Bestimmung der *Kriechdehnungen* sowohl von den Haupteffekten, also der Alterung, der Bindemittelsorte, der Schubspannung und der Temperatur, aber auch durch die möglichen Wechselwirkungen dieser Haupteffekte beeinflusst werden. Die Einflussgrößen der Haupteffekte sowie aller Wechselwirkungen sind im statistischen Sinne signifikant.

Anders als bei den Oszillationsversuchen spielen bei den Kriechversuchen auch die Wechselwirkungen der Haupteffekte für die Ermittlung der Kriechdehnungen eine signifikante Rolle. Teilweise übertreffen die Varianzanteile der Wechselwirkungen die Varianzanteile der Haupteffekte.

Von den Haupteffekten übt die Variabilität der Temperatur, mit Varianzanteilen von 9,3 % bis 17,5 %, den größten Einfluss auf die Ermittlung der Merkmalsgrößen Kriechdehnungen aus.

Für den Einfluss des Versuchsfehlers können Varianzanteile von 1,4 % bis 1,9 % angegeben werden.

In der Abbildung 2.3.1.4.1.D sind die Ergebnisse der vierfachen Varianzanalyse für die Merkmalsgröße *Viskosität* wiedergegeben. Ähnlich wie bei den Merkmalsgrößen Kriechdehnungen zeigt auch die Ermittlung der **Viskosität** im verstärkten Maße **eine Abhängigkeit von den Haupteffekten bzw. auch von deren Wechselwirkungen**.

Der folgende Zusammenhang geht bezüglich des Einflusses der Haupteffekte auf die Bestimmung der Viskosität aus der vierfachen Varianzanalyse hervor:

Einfluss auf Viskosität : T > Sorte > Alterung >> Schubspannung

Nicht zu vernachlässigende Einflüsse gehen von den **Wechselwirkungen** zwischen der Alterung und der Temperatur, Bindemittelsorte und Temperatur, der Alterung, Bindemittelsorte und der Temperatur **aus**.

Der sich im **Restfehler** manifestierende stochastische Einfluss beträgt 3,1 % und **bestätigt** einmal mehr die **Dominanz der systematischen gegenüber den zufälligen Einflüssen**.





Kriechdehnung (t = 0,062 s)



Abbildung 2.3.1.4.1.B: Vierfache Varianzanalyse, Merkmalsgröße Kriechdehnung nach t = 180 s, acht Originalbindemittel und gealterte Bindemittelsorten



Kriechdehnung nach einer Kriecherholungsdauer von t = 600 s





Abbildung 2.3.1.4.1.D: Vierfache Varianzanalyse, Merkmalsgröße Viskosität, acht Originalbindemittelsorten und gealterte Bindemittelsorten

2.3.1.4.2 Varianzanalyse der dreifachen Klassifikation (Alterung, Bindemittelsorte, Schubspannung) für die Merkmalsgrößen Kriechdehnung bei t = 0,062 s, t = 180 s, nach einer Kriecherholungsdauer von t = 600 s und Viskosität in Abhängigkeit von der Temperatur T

In diesem Abschnitt soll der Frage nachgegangen werden, inwieweit die Merkmalsgrößen Kriechdehnung und Viskosität durch die Variabilität der Alterung, der Bindemittelsorte und der Schubspannung in Abhängigkeit von der gewählten Prüftemperatur T beeinflusst werden.

Die Ergebnisse der dreifachen Varianzanalyse wurden in tabellarischer Form (vgl. Tabelle 2.3.1.4.2.A) zusammengefasst. In der Tabelle finden sich in Abhängigkeit von der Prüfteemperatur T die Einflussgrößen der Haupteffekte Alterung, Bindemittelsorte und Schubspannung für die Merkmalsgrößen Kriechdehnung t = 0,062 s, Kriechdehnung t = 180 s, Kriechdehnung nach einer Kriecherholungsdauer von t = 600 s und Viskosität. Außerdem sind die Restvari-anzen (Fehler) der gerechneten dreifachen Varianzanalyse numerisch dargestellt.

Merkmalsgröße	T = 50 °C				T = 60 °C				T = 70 °C			
	Einfluss				Einfluss				Einfluss			
	Alterung	Sorte	Schub- spannung	Rest- varianz	Alterung	Sorte	Schub- spannung	Rest- varianz	Alterung	Sorte	Schub- spannung	Rest- varianz
Kriechdehnung t = 0,062 s	5,5	20,8	35,5	5,0	6,3	21,8	33,6	1,2	5,9	23,0	34,9	1,7
Kriechdehnung t = 180 s	2,6	26,6	7,6	7,9	3,5	30,3	10,6	2,0	4,2	31,1	15,5	2,0
Kriechdehnung nach einer Kriecherholungsdauer von t = 600 s	2,2	27,2	6,4	7,9	3,1	30,7	10,2	2,0	4,1	31,2	15,3	2,0
Viskosität	22,0	38,2	1,0	4,2	18,4	42,8	1,4	4,5	15,9	39,6	1,7	3,7

Tabelle 2.3.1.4.2.A:Ergebnisse der dreifachen Varianzanalyse: Varianzanteile der Einflussgrößen Alterung,
Bindemittelsorte, Schubspannung und der Restvarianz (Fehler) für die Merkmalsgrößen
Kriechdehnung (t = 0,062 s), Kriechdehnung (t = 180 s), Kriechdehnung nach einer
Kriecherholungsdauer von t = 600 s und Viskosität

Aus der Tabelle 2.3.1.4.2.A können folgende Zusammenhänge abgelesen werden:

1.

Einfluss auf Kriechdehnung nach t = 0,062 s : Schubspannung > Bindemittelsorte > Alterung, unabhängig von der Temperatur T

2.

Einfluss auf Kriechdehnung nach t = 180 s : Bindemittelsorte > Schubspannung > Alterung

Eine tendenzielle Zunahme der drei Einflussgrößen ist jeweils mit zunehmender Prüftemperatur zu verzeichnen.

3.

Einfluss auf Kriechdehnung nach einer Kriecherholungsdauer von t = 600 s : Bindemittelsorte > Schubspannung > Alterung

Auch hier gilt, dass der Einfluss der gewählten Bindemittelsorten, Schubspannung sowie Alterung mit zunehmender Prüftemperatur jeweils größer wird.

4.

Einfluss auf Viskosität : Bindemittelsorte > Alterung >> Schubspannung

Der Einfluss der Alterung steigt mit zunehmender Prüftemperatur T an.

Der sich in den Restvarianzen manifestierende stochastische Einfluss liegt insgesamt für die vier oben betrachteten Merkmalsgrößen zwischen 1,2 % und 7,9 % und bestätigt einmal mehr die Dominanz der systematischen gegenüber den zufälligen Einflüssen.

2.3.1.4.3 Varianzanalyse der zweifachen Klassifikation (Schubspannung, Temperatur) der acht Originalbindemittelsorten und gealterten Bindemittelsorten für die Merkmalsgrößen Kriechdehnung bei t = 0,062 s, t = 180 s, nach einer Kriecherholungsdauer von t = 600 s und Viskosität

In diesem Abschnitt soll noch einmal der Einfluss der Variation der Temperatur und der Schubspannung auf die Merkmalsgrößen des Kriechversuches in Abhängigkeit der Bindemittelsorte im Originalzustand und gealterten Zustand untersucht werden. Die in den zweifachen Varianzanalysen ermittelten Varianzanteile, die dem **Einfluss der Prüftemperatur** zuzuschreiben sind, wurden in Abhängigkeit der untersuchten Bindemittelsorte in Form von Säulendiagrammen grafisch aufgetragen, vgl. Abbildung 2.3.1.4.3.A.

Deutlich ist der Einfluss der Temperatur, gekennzeichnet durch die relativ großen Varianzanteile, zu erkennen, wobei die Bindemittelsorten unterschiedlich stark auf Temperaturunterschiede reagieren.

Das Bitumen **PmB H** Hersteller 4 zeigt dabei ein weniger empfindliches Verhalten. Am stärksten ausgeprägt ist die **Temperaturabhängigkeit** bei der Bindemittelsorte Bitumen **70/100 Hersteller 1.**



Abbildung 2.3.1.4.3.A:

Zweifache Varianzanalyse: Einfluss der Temperatur auf die Bestimmung der Kriechdehnung t = 0,062 s, t = 180 s, nach einer Kriecherholungsdauer von t = 600 s der acht Originalbindemittelsorten Die Abbildung 2.3.1.4.3.B enthält die Varianzanteile für die Merkmalsgrößen der Kriechdehnungen, die durch den **Einfluss der gewählten Schubspannung** hervorgerufen worden sind. Hier zeigt sich, dass das Bitumen **PmB H Hersteller 4 am stärksten** auf die **Veränderung** der **gewählten Schubspannung** reagiert. Das **Bitumen PmB H Hersteller 2** zeigt sich am **wenigsten** beeindruckt durch die **Variation der Schubspannung**.

Für die Ermittlung der Kriechdehnung nach einer Zeit von t = 0,062 s spielt die Schubspannung für alle Bindemittelsorten die größte Rolle. Weniger stark ausgeprägt sind die Varianzanteile für die Bestimmung der Kriechdehnung bei t = 180 s bzw. nach einer Kriecherholungsdauer von t = 600 s.



Abbildung 2.3.1.4.3.B:

Zweifache Varianzanalyse: Einfluss der Schubspannung auf die Bestimmung der Kriechdehnung t = 0,062 s, t = 180 s, nach einer Kriecherholungsdauer von t = 600 s der acht Originalbindemittelsorten

Die Abbildung 2.3.1.4.3.C enthält die Varianzanteile für den **Einfluss der Temperatur** auf die Bestimmung der **Kriechdehnungen der acht gealterten Bindemittelsorten**. **Die Varianzanteile der Merkmalsgrößen** Kriechdehnung t = 0,062 s, Kriechdehnung = 180 s und nach einer Kriecherholungsdauer von t = 600 s sind für alle Bindemittelsorten mehr oder **weniger gleich groß**.

Im Vergleich zur Abbildung 2.3.1.4.3.A fällt auf, dass bei den gealterten Bindemittelsorten die Temperatur auf die Bestimmung der Kriechdehnungen einen gleichmäßigeren Einfluss ausübt, da die Unterschiede der Varianzanteile im Vergleich der Bindemittelsorten nicht mehr so unterschiedlich ausgeprägt sind.

Reagierte das Bitumen **PmB H Hersteller 4** im Originalzustand **noch weniger empfindlich** auf Veränderungen der Temperatur, so kann das nach dem **Alterungsprozess mit Hilfe** des RTFOT-Verfahrens **nicht mehr bestätigt** werden.



Abbildung 2.3.1.4.3.C:



Der Einfluss der Schubspannung auf die Bestimmung der Kriechdehnungen an den gealterten Bindemittelsorten kann der Abbildung 2.3.1.4.3.D entnommen werden. Der Einfluss der gewählten Schubspannung wirkt sich am stärksten auf die Merkmalsgröße Kriechdehnung nach t = 0,062 s aus. Dieses gilt für alle gealterten Bindemittelsorten gemeinsam.

Im Vergleich zur Abbildung 2.3.1.4.3.B wird deutlich, dass der Einfluss der Schubspannung auf die ermittelten Kenngrößen Kriechdehnungen durch die Alterung nicht wesentlich beeinflusst wird.



Abbildung 2.3.1.4.3.D: Zweifache Varianzanalyse: Einfluss der Schubspannung auf die Bestimmung der Kriechdehnung t = 0,062 s, t = 180 s, nach einer Kriecherholungsdauer von t = 600 s der acht gealterten Bindemittelsorten

Die Abbildungen 2.3.1.4.3.E und Abbildung 2.3.1.4.3.F zeigen den Einfluss der Temperatur und der Schubspannung auf die Bestimmung der Viskosität für die Originalbindemittelsorten und gealterten Bindemittelsorten.

Diesen beiden Abbildungen kann der **dominante Einfluss der gewählten Prüftemperatur** auf **die Bestimmung der Viskosität** leicht entnommen werden, wobei dieser Einfluss noch in der Mehrzahl **tendenziell nach der Alterung verstärkt** wird. Ebenso deutlich kann aus den beiden Abbildungen erkannt werden, dass die **Variation der Schubspannung** für die Ermittlung der Viskosität **praktisch keinen Einfluss** ausüben kann.



Abbildung 2.3.1.4.3.E:

Zweifache Varianzanalyse: Einfluss der Temperatur und der Schubspannung auf die Bestimmung der Viskosität der acht <u>Originalbindemittelsorten</u>



Abbildung 2.3.1.4.3.F:

Zweifache Varianzanalyse: Einfluss der Temperatur und der Schubspannung auf die Bestimmung der Viskosität der acht gealterten Bindemittelsorten

2.3.2 Regressionsanalysen an Originalbindemitteln und gealterten Bindemitteln

Wurde in den vorherigen Abschnitten der varianzanalytischen Beobachtungen die Stärke der verschiedenen Einflussfaktoren auf die aus Oszillations- und Kriechversuchen errechneten Merkmalsgrößen qualitativ abgeschätzt, so sollen in den nächsten folgenden Abschnitten auch die quantitativen Zusammenhänge zwischen Einflussgrößen und Merkmalsgrößen mit Hilfe von Regressionsanalysen weiter herausgearbeitet werden.

2.3.2.1 Oszillationsversuche

Aus den varianzanalytischen Beobachtungen, vgl. Abschnitt 2.3.1, multiple Varianzanalysen, geht deutlich hervor, dass die systematisch variierte Einflussgröße "Deformation" auf die aus Oszillationsversuchen ermittelten Merkmalsgrößen keinen signifikanten Einfluss ausüben kann. Daher wird bei den jetzt vorgestellten Regressionsanalysen darauf verzichtet, mehrere Deformationsstufen zu betrachten. Zur weiteren Auswertung werden daher im Folgenden die Ergebnisse der Oszillationsversuche, die bei einer Deformationsstufe von 6 % ermittelt worden sind, herangezogen.

2.3.2.1.1 Regressionsanalysen mit einer Einflussgröße

In den nächsten Abschnitten sollen mit Hilfe von Exponentialfunktionen, Polynomfunktionen, Potenzfunktionen und einfache lineare Funktionen jeweils Regressionsrechnungen zur Ermittlung der quantitativen Zusammenhänge zwischen Einfluss- und Merkmalsgrößen durchgeführt werden.

2.3.2.1.1.1 Isochronen

Bei der Isochronendarstellung kann eine rheologische Kenngröße in Abhängigkeit von der Temperatur T jeweils bei konstanter Frequenz grafisch dargestellt werden. Die Form der Darstellungen sollen im Folgenden für die Merkmalsgrößen komplexer Schubmodul G* und Phasenverschiebungswinkel δ vorgenommen werden.

a) Rheologische Kenngröße: Komplexer Schubmodul G*

In den Abbildungen 2.3.2.1.1 bis 2.3.2.1.8 sind Isochronen für die rheologische Kenngröße komplexer Schubmodul G* für die acht Bindemittelsorten im Originalzustand und gealterten Zustand dargestellt.

Durch die Graphen, die durch Rechnung einer Regressionsrechnung mit Hilfe einer Exponentialfunktion bzw. Potenzfunktion entstanden sind, wird der Einfluss der Temperatur T in °C und der Frequenz f in Hz auf den komplexen Schubmodul G* der einzelnen Bindemittelsorten im gealterten und nicht gealterten thermischen Beanspruchungszustand veranschaulicht.



Abbildung 2.3.2.1.1: **G* (T, f = const.); Originalbindemittel und gealterte Bindemittel,** 30/45 Hersteller 1



Abbildung 2.3.2.1.2: G* (T, f = const.), Originalbindemittel und gealterte Bindemittel, 70/100 Hersteller 1



Abbildung 2.3.2.1.3: G* (T, f = const.), Originalbindemittel und gealterte Bindemittel, PmB 45 A Hersteller 1



Abbildung 2.3.2.1.4: G* (T, f = const.), Originalbindemittel und gealterte Bindemittel, Sorte PmB H Hersteller 4



Abbildung 2.3.2.1.5: G* (T, f = const.), Originalbindemittel und gealterte Bindemittel, Sorte PmB H Hersteller 2



Abbildung 2.3.2.1.6: G* (T, f = const.), Originalbindemittel und gealterte Bindemittel, Sorte PmB 25 A Hersteller 2



Abbildung 2.3.2.1.7: G* (T, f = const.), Originalbindemittel und gealterte Bindemittel, Sorte PmB 45 A Hersteller 2



Abbildung 2.3.2.1.8: G* (T, f = const.), Originalbindemittel und gealterte Bindemittel, Sorte PmB 25 A Hersteller 3

Betrachtet man die Abbildungen 2.3.2.1.1 bis 2.3.2.1.8, so können aus der Isochronendarstellung folgende Zusammenhänge abgeleitet werden:

1.

G* (T+ Δ T) < G* (T); gültig für alle Originalbindemittel und gealterte Bindemittel; f = const., mit T+ Δ T > T

- 2. Durch Regressionsanalysen wurde festgestellt, dass bei allen Bindemittelsorten im nicht gealterten und gealterten thermischen Beanspruchungszustand und bei allen Frequenzstufen, bis auf zwei Ausnahmen, exponentielle Verläufe der Temperatur-Komplexer Schubmodul-Graphen mit guten Bestimmtheitsmaßen zwischen 0,9862 und 0,9999 vorliegen. Beim Bindemittel der Sorte PmB H Hersteller 2 liefert bei den Frequenzstufen von $f_1 = 1,59$ Hz und $f_2 = 4$ Hz jeweils bei nicht gealterten Proben ein potentieller Regressionsansatz bessere Bestimmtheitsmaße als ein exponentieller Regressionsansatz. Die dann errechneten Bestimmtheitsmaße liegen für die Frequenzstufe von $f_2 = 4$ Hz bei 0,9924 und bei der Frequenz von $f_1 = 1,59$ Hz bei 0,9891 (vgl. Abbildung 2.3.2.1.5).
- 3.

 G^* (f = 6 Hz) > G^* (f = 4 Hz) > G^* (f = 1,59 Hz); gültig für alle Originalbindemittel und gealterte Bindemittel; f = const.

4.

G^{*} gealtert > G^{*} Original; gültig für die Bindemittelsorten PmB H Hersteller 2, PmB 45 A Hersteller 2, PmB 25 A Hersteller 2, 70/100 und 30/45 Hersteller 1; T = const.; f = const.

5.

G^{*} gealtert \approx G^{*} Original; gültig für die Bindemittelsorten PmB H Hersteller 4, PmB 25 A Hersteller 3 und PmB 45 A Hersteller 1; T = const.; f = const.

b) Rheologische Kenngröße: Phasenverschiebungswinkel δ

Die Ergebnisse des Phasenverschiebungswinkels δ in Abhängigkeit von der Temperatur T und der Frequenz f können für die einzelnen Bindemittelsorten und thermischen Beanspruchungszustände den Isochronendarstellungen in den Abbildungen 2.3.2.1.9 bis 2.3.2.1.16 entnommen werden.



Abbildung 2.3.2.1.9:δ (T, f = const.); Originalbindemittel und gealterte Bindemittel,
30/45 Hersteller 1



Abbildung 2.3.2.1.10: δ (T, f = const.); Originalbindemittel und gealterte Bindemittel, 70/100 Hersteller 1



Abbildung 2.3.2.1.11: δ (T, f = const.); Originalbindemittel und gealterte Bindemittel, PmB 45 A Hersteller 1



Abbildung 2.3.2.1.12: δ (T, f = const.); Originalbindemittel und gealterte Bindemittel, PmB H Hersteller 4



Abbildung 2.3.2.1.13:δ (T, f = const.); Originalbindemittel und gealterte Bindemittel,
PmB H Hersteller 2



Abbildung 2.3.2.1.14:δ (T, f = const.); Originalbindemittel und gealterte Bindemittel,
PmB 45 A Hersteller 2



Abbildung 2.3.2.1.15: δ (T, f = const.); Originalbindemittel und gealterte Bindemittel, PmB 45 A Hersteller 2



Abbildung 2.3.2.1.16: δ (T, f = const.); Originalbindemittel und gealterte Bindemittel, PmB 25 A Hersteller 3

Aus der Betrachtung der Abbildungen 2.3.2.1.9 bis 2.3.2.1.16 geht Folgendes hervor:



 δ (T+ΔT) > δ (T); für alle Originalbindemittel und gealterte Bindemittel; f = const., mit T+ΔT > T <u>Ausnahmen:</u> δ (T₄ = 80 ° C) _{70/100; gealtert} < δ (T₃ = 70 ° C) _{70/100; gealtert;} f = 1,59 Hz δ (T₄ = 80 ° C) _{70/100; gealtert} < δ (T₃ = 70 ° C) _{70/100; gealtert;} f = 6 Hz δ (T₄ = 80 ° C) _{PmB H Hersteller 4; gealtert} < δ (T₃ = 70 ° C) _{PmB H Hersteller 4; gealtert;} f = 1,59 Hz

- 2. Durch die Regressionsanalyse wurde festgestellt, dass bei den unterschiedlichen Frequenzstufen lineare bzw. polynomische Verläufe der Temperatur - Phasenverschiebungswinkel δ - Graphen mit guten Bestimmtheitsmaßen zwischen 0,9902 bis 1,0 vorliegen.
- 3.

 δ Original > δ gealtert; gültig T = const.; f = const. sowie alle Bindemittelsorten bis auf die Sorten PmB H Hersteller 4 und 30/45 Hersteller 1 bei T₁ = 50 ° C sowie f = 6 Hz

Um die wesentlichen Ergebnisse der Oszillationsversuche für alle Bindemittelsorten getrennt nach thermischem Beanspruchungszustand und Frequenzstufe zusammenfassend darstellen zu können, wurden die folgenden Abbildungen 2.3.2.1.17 bis 2.3.2.1.28 angefertigt.

Aus den Abbildungen 2.3.2.1.17 bis 2.3.2.1.19 können die Ergebnisse des komplexen Schubmoduls in Abhängigkeit von der Temperatur bei Variation der Originalbindemittel und Frequenzen von f_1 = 1,59 Hz, f_2 = 4 Hz und f_3 = 6 Hz abgelesen werden.



Abbildung 2.3.2.1.17: G* (T, f = 1,59 Hz), alle Originalbindemittelsorten



Abbildung 2.3.2.1.18: **G* (T, f = 4 Hz), alle Originalbindemittelsorten**



Abbildung 2.3.2.1.19: **G*** (**T**, **f** = 6 Hz), alle Originalbindemittelsorten

Die Ergebnisse des komplexen Schubmoduls in Abhängigkeit von der Temperatur aller RTFOT-gealterter Bindemittelsorten und bei Frequenzen von $f_1 = 1,59$ Hz, $f_2 = 4$ Hz und $f_3 = 6$ Hz sind in den Abbildungen 2.3.2.1.20 bis 2.3.2.1.22 dargestellt.

In den Abbildungen 2.3.2.1.23 bis 2.3.2.1.28 wurde hinsichtlich der Darstellungsform mit der rheologischen Kenngröße des Phasenverschiebungswinkels δ in analoger Weise wie in den Abbildungen 2.3.2.1.17 bis 2.3.2.1.22 mit der rheologischen Kenngröße des komplexen Schubmoduls verfahren.



Abbildung 2.3.2.1.20: **G* (T, f = 1,59 Hz), alle gealterten Bindemittelsorten**



Abbildung 2.3.2.1.21: G* (T, f = 4 Hz), alle gealterten Bindemittelsorten



Abbildung 2.3.2.1.22: G* (T, f = 6 Hz), alle gealterten Bindemittelsorten



Abbildung 2.3.2.1.23: δ (T, f = 1,59 Hz), alle Originalbindemittelsorten



Abbildung 2.3.2.1.24: δ (T, f = 4 Hz), alle Originalbindemittelsorten



Abbildung 2.3.2.1.25: δ (T, f = 6 Hz), alle Originalbindemittelsorten



Abbildung 2.3.2.1.26: δ (T, f = 1,59 Hz), alle gealterten Bindemittelsorten



Abbildung 2.3.2.1.27: δ (T, f = 4 Hz), alle gealterten Bindemittelsorten



Abbildung 2.3.2.1.28: δ (T, f = 6 Hz), alle gealterten Bindemittelsorten

Mit Hilfe dieser graphischen Darstellungen (Abbildungen 2.3.2.1.17 bis 2.3.2.1.22) können die festgestellten Werte der rheologischen Kenngrößen Phasenverschiebungswinkel δ und komplexer Schubmodul der unterschiedlichen, im Forschungsvorhaben eingesetzten Bindemittelsorten bei jeweils konstanten Frequenzen und gleichem thermischen Beanspruchungszustand miteinander verglichen werden. Es ist somit möglich, das rheologische Stoffverhalten des einen Materials in Abhängigkeit von der Temperatur und bei sonst gleichen Prüfrandbedingungen mit dem rheologischen Stoffverhalten weiterer Materialien zu vergleichen.

Betrachtet man z.B. die Abbildung 2.3.2.1.23, so erkennt man, dass bei einer Frequenz von 1,59 Hz der Wert des Phasenverschiebungswinkels δ bei einem Bindemittel der Sorte 70/100 im gesamten Temperaturbereich größer ist als der entsprechende Wert bei einem Bindemittel der Sorte 30/45 bzw. PmB 45 A des Herstellers 1.

Aus den Abbildungen 2.3.2.1.17 bis 2.3.2.1.28 können auch die Zusammenhänge abgelesen werden, die unter den Abschnitten a) und b) (vergl. Seite 76 bzw. 81) festgestellt worden sind.

Im Kapitel 3 wird noch detaillierter auf die Frage eingegangen, ob sich und wenn ja wie, die verschiedenen Bindemittel aufgrund der festgestellten Untersuchungsergebnisse unterscheiden lassen.

2.3.2.1.1.2 Isothermen

Bei der Isothermendarstellung wird die rheologische Kenngröße in Anhängigkeit von der Frequenz jeweils bei konstanter Temperatur aufgetragen. Nachfolgend sollen die Merkmalsgrößen komplexer Schubmodul G* und Phasenverschiebungswinkel δ in dieser Form der Darstellung vorgestellt werden.

a) Rheologische Kenngröße: Komplexer Schubmodul G*

In den Abbildungen 2.3.2.1.29 bis 2.3.2.1.36 werden die Ergebnisse des **komplexen Schubmoduls G* in Abhängigkeit von der Frequenz und Temperatur** in Form von **Isothermen** getrennt für **jede Bindemittelsorte** sowohl im **nicht gealterten** als auch **im gealterten** thermischen Beanspruchungszustand dargestellt. Für die einzelnen Parameterkombinationen wurden wiederum Regressionsanalysen gerechnet.



Abbildung 2.3.2.1.29:

G* (f, T = const.), Originalbindemittel und gealterte Bindemittel, 30/45 Hersteller 1



Abbildung 2.3.2.1.30: **G* (f, T = const.), Originalbindemittel und gealterte Bindemittel, 70/100 Hersteller 1**



Abbildung 2.3.2.1.31:

G* (f, T = const.), Originalbindemittel und gealterte Bindemittel, PmB 45 A Hersteller 1



Abbildung 2.3.2.1.32:

G* (f, T = const.), Originalbindemittel und gealterte Bindemittel, PmB H Hersteller 4



Abbildung 2.3.2.1.33:

G* (f, T = const.), Originalbindemittel und gealterte Bindemittel, PmB H Hersteller 2



Abbildung 2.3.2.1.34:

G* (f, T = const.), Originalbindemittel und gealterte Bindemittel, PmB 25 A Hersteller 2



Abbildung 2.3.2.1.35:

G* (f, T = const.), Originalbindemittel und gealterte Bindemittel, PmB 45 A Hersteller 2



Abbildung 2.3.2.1.36:

G* (f, T = const.), Originalbindemittel und gealterte Bindemittel, PmB 25 A Hersteller 3

Aus den Abbildungen 2.3.2.1.29 bis 2.3.2.1.36 gehen die folgenden Zusammenhänge hervor:

- 1. $G^* (f+\Delta f) > G^* (f);$ gültig für T = const., alle Originalbindemittel und gealterten Bindemittel; mit f+ Δf > f
- Durch Regressionsanalysen wurde festgestellt, dass der mathematische Zusammenhang zwischen der Einflussgröße Frequenz und der Zielgröße komplexer Schubmodul mit Hilfe von linearen bzw. polynomischen Ansätzen für die Regressionsgleichungen gut beschrieben werden kann. Bestimmtheitsmaße wurden in der Größenordnung zwischen 0,9840 bis 1,0 errechnet.
- 3.

 $G_{50 \circ C}^* > G_{60 \circ C}^* > G_{70 \circ C}^* > G_{80 \circ C}^*$; gültig für f = const., alle Originalbindemittel und gealterten Bindemittel

4.

G* gealtert > G* Original; gültig für T = const., f = const., Bindemittelsorten 30/45, 70/100 Hersteller 1 und Pm 25 A, PmB 45 A, PmB H, alle Hersteller 2

5.

G^{*} gealtert \approx G^{*} Original; gültig für T = const., f = const., Bindemittelsorten PmB 45 A Hersteller 1, PmB H Hersteller 4, PmB 25 A Hersteller 3

b) Rheologische Kenngröße: Phasenverschiebungswinkel δ

In den Abbildungen 2.3.2.1.37 bis 2.3.2.1.44 ist der **Einfluss** von **Frequenz** und **Temperatur** auf die Ergebnisse des **Phasenverschiebungswinkels** δ in Form von **Isothermen** für sämtliche Bindemittelsorten im nicht **gealterten** und **gealterten** thermischen Beanspruchungszustand dargestellt.



Abbildung 2.3.2.1.37:

 δ (f; T = const.); Originalbindemittel und gealterte Bindemittel, 30/45 Hersteller 1



Abbildung 2.3.2.1.38:δ (f; T = const.); Originalbindemittel und gealterte Bindemittel,
70/100 Hersteller 1



PmB 45 A Hersteller 1


Abbildung 2.3.2.1.40:δ (f; T = const.); Originalbindemittel und gealterte Bindemittel,
PmB H Hersteller 4



Abbildung 2.3.2.1.41:

 δ (f; T = const.); Originalbindemittel und gealterte Bindemittel, PmB H Hersteller 2



Abbildung 2.3.2.1.42:δ (f; T = const.); Originalbindemittel und gealterte Bindemittel,
PmB 25 A Hersteller 2



Abbildung 2.3.2.1.43:

 δ (f; T = const.); Originalbindemittel und gealterte Bindemittel, PmB 45 A Hersteller 2



Abbildung 2.3.2.1.44:δ (f; T = const.); Originalbindemittel und gealterte Bindemittel,
PmB 25 A Hersteller 3

Durch die Betrachtung der Abbildungen 2.3.2.1.37 bis 2.3.2.1.44 kann Folgendes festgehalten werden:

- 1. Ein allgemein gültiger Zusammenhang für alle Bindemittelsorten im gealterten und nicht gealterten thermischen Beanspruchungszustand zwischen der Einflussgröße der Frequenz und der Zielgröße des Phasenverschiebungswinkels δ kann durch die Isothermendarstellung nicht festgestellt werden. Der vorherige Satz gilt auch noch dann, wenn die einzelnen Bindemittelsorten getrennt voneinander betrachtet werden. Die ermittelten Werte des Phasenverschiebungswinkels δ steigen, fallen oder liegen auf nahezu gleichem Niveau bei sonst konstanten Prüfrandbedingungen mit zunehmender Frequenz.
- 2. Durch Regressionsrechnungen wurde festgestellt, dass der mathematische Zusammenhang zwischen der Einflussgröße der Frequenz und der Zielgröße des Phasenverschiebungswinkels δ mit Hilfe von linearen und polynomischen Regressionsansätzen beschrieben werden kann. Die ermittelten Bestimmtheitsmaße liegen in einer Größenordnung zwischen 0,9815 und 1,0.
- 3.

 $\delta_{80 \circ C} > \delta_{70 \circ C} > \delta_{60 \circ C} > \delta_{50 \circ C}$; gültig für f = const.; alle Originalbindemittel

Ausnahme:

Bindemittel PmB H Hersteller 4 $\delta_{80 \circ C}$ (f = 1,59 Hz) < $\delta_{70 \circ C}$ (f = 1,59 Hz) 4.

 $\delta_{80 \circ C} > \delta_{70 \circ C} > \delta_{60 \circ C} > \delta_{50 \circ C}$; gültig für f = const.; alle gealterten Bindemittel

Ausnahme:

Bindemittel 70/100 Hersteller 1 $\delta_{80 \circ C}$ (f = 6 Hz) < $\delta_{70 \circ C}$ (f = 6 Hz)

2.3.2.1.2 Multiple lineare Regressionsanalysen

2.3.2.1.2.1 Allgemeines

Um quantitative Zusammenhänge zwischen den rheologischen Kenndaten bzw. Merkmalsgrößen **Phasenverschiebungswinkel** δ und **komplexer Schubmodul G*** als Zielgrößen und **konventionelle Bindemittelkenndaten**, wie Erweichungspunkt Ring und Kugel, Nadelpenetration, Brechpunkt nach Fraaß, maximale **Formänderungsarbeit** und **elastische Rückstellung** als **Einflussgrößen** darstellen zu können, wurden multiple lineare Regressionsanalysen durchgeführt. Die Ergebnisse, die im Rahmen der multiplen linearen Regressionsanalysen ermittelt wurden, sind in Tabellen, die dem bereits in Kapital 2.2.2 erwähnten Zahlenwerk [4] entnommen werden können, zusammengefasst.

Das Berechnungsverfahren der multiplen linearen Regressionsanalyse wurde bereits ausführlich im Abschnitt 2.1.4.2.2 beschrieben.

Bei den Regressionsanalysen wurden im ersten Rechengang zunächst die Regressionskonstante und die Regressionskoeffizienten aller Einflussgrößen so wie das zugehörige multiple Bestimmtheitsmaß ermittelt. Das multiple Bestimmtheitsmaß sagt aus, in welchem Maße die gerade betrachtete Zielgröße durch systematische Einflüsse und in welchem Maße sie durch den Zufall bestimmt wird. Der Zufallseinfluss errechnet sich aus dem Bestimmtheitsmaß als Differenz auf 100. Je stärker sich das multiple Bestimmtheitsmaß dem Wert 100 annähert, um so zuverlässiger wird die betrachtete Zielgröße durch die Regressionsgleichung beschrieben. In einem zweiten Rechenlauf wird sodann diejenige Einflussgröße aus der Betrachtung eliminiert, deren Fortlassung den geringsten Einfluss auf das Bestimmtheitsmaß besitzt. In aller Regel wird durch das Fortlassen einer Einflussgröße das Bestimmtheitsmaß geringer.

Dieser Prozess des Fortlassens von Einflussgrößen wird so lange fortgesetzt, bis nur noch eine einzige Einflussgröße die Zielgröße beschreibt. Die als letzte übrig gebliebene Einflussgröße ist die wichtigste zur Beschreibung der Zielgröße, auch dann, wenn das Bestimmtheitsmaß einen sehr geringen Wert erreicht hat. Zur Erläuterung des geschilderten Vorgehens dient exemplarisch die Tabelle 2.3.2.1.0.

Zielgröße:	elgröße: Phasenverschiebungswinkel											
Einflußgrößen:	Einflußgrößen: Erweichungspunkt RuK, Nadelpenetration, Brechpunkt, max. Formänderungsarbeit, elast. Rückstellung											
	1		2		3 4		4	5				
0 1 2 3 4 5	116,2701 -0,6360 0,2861 1,8232 1,8314 -0.0061		116,2656 -0,6384 0,2873 1,8249 1,6788 	106,7401 -0,5001 0,2709 1,5305 			100,0494 -0,6245 0,1183 	108,3916 -0,6656 	Regressionskonstante Erweichungspunkt RuK Nadelpenetration Brechpunkt nach Fraaß max Formänderungsarbeit Elastische Rückstellung			
6 7	50,097 96,214		50,200 96,206		53,410 95,963		244,746 81,503	385,276 70,882	Fehlerquadratsumme Multiples Bestimmtheitsmaß			
8 9 10 11 12	5 / 21 106,73 89,66 2,68 ja	5 / 21 4 / 22 106,73 139,47 89,66 122,74 2,68 2,82 ia ia			3 / 23 182,26 167,65 3,03 ja		2 / 24 52,88 50,38 3,40 ja	1 / 25 60,86 60,86 4,24 ja	Freiheitsgrade v ₁ und v ₂ F - Wert F - Wert, errechnet aus _u r ² F - Wert, errechnet aus _u r ² Signifikanz ?			
13 14 15 16 17		1 / 21 0,04 0,00 4,33 nein	1 / 22 1,41 0,43 4,30 nein		1 / 23 82,4 78,18 4,28 ja	-	1 / 24 13,78 12,33 4,26 ja		Freiheitsgrade v ₁ und v ₂ F - Wert F - Wert, errechnet aus _u r ² F - Wert, errechnet aus _u r ² Signifikanz ?			
18 19 20 21		-	1 / 21 0,04 0,00 4,33		2 /21 0,69 0,00 3,47		3 / 21 27,20 23,09 3,07	4 /21 35,13 28,91 2,84	Freiheitsgrade v_1 und v_2 \hat{F} - Wert \hat{F} - Wert, errechnet aus $_{u}r^2$ F - Wert der Fisher-Verteilung Signifikanz 2			

Tabelle 2.3.2.1.0: Ergebnisse der multiplen Regressionsanalyse für die Zielgröße Phasenverschiebungswinkel δ bei einer Temperatur von T₁ = 50 °C unter Verwendung der konventionellen Bindemittelkenndaten Erweichungspunkt Ring und Kugel, Nadelpenetration, Brechpunkt nach Fraaß, maximale Formänderungsarbeit und elastische Rückstellung als Einflussgrößen aller Originalbindemittelsorten

> In der Tabelle 2.3.2.1.0 sind die Ergebnisse der multiplen linearen Regressionsanalyse für die Zielgröße Phasenverschiebungswinkel δ in °C bei einer Temperatur von T₁ = 50 °C für alle Originalbindemittelsorten unter Verwendung der o.g. Einflussgrößen eingetragen. Wird in den folgenden Abschnitten von der Gruppe der konventionellen Bindemittelkenndaten gesprochen, so ist immer davon auszugehen, dass die Einflussgrößen Erweichungspunkt Ring und Kugel, Nadelpenetration, Brechpunkt nach Fraaß, maximale Formänderungsarbeit und elastische Rückstellung, darunter zu verstehen sind.

Bei der Durchführung der multiplen linearen Regressionsanalyse wurde grundsätzlich für diesen Fall zunächst einmal vermutet, dass die Zielgröße Phasenverschiebungswinkel δ bei der Versuchstemperatur T₁ = 50 °C durch alle fünf in die Betrachtung einbezogenen Einflussgrößen beschrieben werden könnte bzw. müsste. Das zugehörige konstante Glied und die fünf zugehörigen Regressionskoeffizienten der Einflussgrößen sind in der Spalte 1 der Tabelle 2.3.2.1.0 in den Zeilen 0 bis 5 dargestellt. Für diese Lösung wurden sodann die Fehlerquadratsumme und das multiple Bestimmtheitsmaß ermittelt und in den Zeilen 6 und 7 der Spalte 1 ausgewiesen. Das Bestimmtheitsmaß ergab sich zu R² = 96,214 %. Es war nun zu prüfen, ob dieses bei einer Irrtumswahrscheinlichkeit von α = 5 % statistisch signifikant ist. Das Ergebnis dieser Berechnung ist in den Zeilen 8 bis 12 der Spalte 1 der Tabelle dargestellt und es lautet: ja (vgl. Spalte 1, Zeile 12).

Unabhängig von der Signifikanz des Bestimmtheitsmaßes des ersten Rechenlaufes wurde in einer zweiten Regressionsanalyse dann diejenige Einflussgröße aus der Betrachtung eliminiert, welche den geringsten Beitrag zu einer Änderung des Bestimmtheitsmaßes leistet. Im zweiten Rechenlauf wurde auf diese Art und Weise nach Eliminierung der elastischen Rückstellung als Einflussgröße ein Bestimmtheitsmaß von $R^2 = 96,206$ % ermittelt, welches im statistischen Sinne als signifikant betrachtet werden muß (vgl. Spalte 2, Zeile 12). In den Zeilen 13 bis 17 wurde sodann abgefragt, ob sich dieses Bestimmtheitsmaß signifikant vom Bestimmtheitsmaß des ersten Rechenlaufes unterscheidet. Die Antwort, die in Zeile 17 ausgewiesen ist, lautet: nein.

Ohne Rücksicht auf die Frage, ob sich die Bestimmtheitsmaße des ersten und des zweiten Rechenlaufes signifikant unterscheiden, wurde in der geschilderten Art und Weise - Fortlassen derjenigen Einflussgröße, welche den geringsten Beitrag zu einer Änderung des Bestimmtheitsmaßes liefert - iterativ weiter vorgegangen, bis nur noch eine einzige Einflussgröße vorhanden war.

In den Zeilen 18 bis 22 der Tabelle ist angegeben, ob sich das Bestimmtheitsmaß der Spalte 1 signifikant von den Bestimmtheitsmaßen der Spalten 2, 3, 4 und 5 unterscheidet. Im vorliegenden Fall ist das für die Spalten 4 und 5 jeweils der Fall (Spalte 4 und 5, Zeile 22).

Die unterschiedlichen \hat{F} -Werte in den Zeilen 9 und 10, 14 und 15 sowie 19 und 20 haben ihre Ursache in der Tatsache, dass bei der Ermittlung der \hat{F} -Werte in den Zeilen 9, 14 und 19 mit dem normalen Schätzwert für das Bestimmtheitsmaß und in den Zeilen 10, 15 und 20 mit dem unverfälschten Schätzwert für das Bestimmtheitsmaß gerechnet worden ist. Der unverfälschte Schätzwert ist stets dann anzuwenden, wenn die Anzahl der Beobachtungen klein und die Anzahl der Variablen relativ groß ist (vgl. auch im Abschnitt 2.1.5.2).

Für eine prinzipielle Interpretation ist es notwendig, nach generellen Zusammenhängen zu suchen. Das zweckmäßige Vorgehen bei der Suche nach generellen Zusammenhängen wird wiederum anhand der Tabelle 2.3.2.1.0 erläutert: Als letzte Einflussgröße ist bei der iterativen multiplen linearen Regression für die Zielgröße "Phasenverschiebungswinkel δ " aller Originalbindemittelproben bei einer Temperatur von T₁ = 50 °C der Erweichungspunkt Ring und Kugel verblieben.

Das negative Vorzeichen des Regressionskoeffizienten deutet darauf hin, dass der Phasenverschiebungswinkel δ von Bindemitteln mit steigendem Erweichungspunkt Ring und Kugel geringer wird. Das Ergebnis ist plausibel, ein höherer Erweichungspunkt Ring und Kugel einer Bindemittelsorte im Vergleich zu einer anderen Bindemittelsorte mit einem niedrigeren Erweichungspunkt Ring und Kugel deutet auf ein "härteres" Bitumen hin.

Als nächstwichtige Einflussgrößen werden die Nadelpenetration und der Brechpunkt nach Fraaß registriert. Das positive Vorzeichen des Regressionskoeffizienten für die Nadelpenetration und das positive Vorzeichen für den Regressionskoeffizienten des Brechpunktes lassen erkennen, dass **der Phasen**verschiebungswinkel δ von Bindemittelsorten durch einen betragsmäßig höheren Brechpunkt nach Fraaß, da der Brechpunkt naturgemäß mit einem negativen Vorzeichen in die Rechnung einfließt, bei einem abnehmenden Wert für die Nadelpenetration verringert wird.

Das weitere Hinzufügen einer Einflussgröße zur Beschreibung des mathematischen Zusammenhanges zwischen der Zielgröße Phasenverschiebungswinkel δ und den Einflussgrößen ist nicht sinnvoll, da in den Spalten 2/3, Zeile 17 und in der Spalte 3, Zeile 22 der jeweilige Signifikanz-Test mit "nein" beantwortet wird. Das bedeutet, dass die Hinzunahme der Einflussgröße "maximale Formänderungsarbeit" keine signifikante Verbesserung des Bestimmtheitsmaßes bewirken kann. Das Ergebnis dieser Regressionsrechnung wird also wie folgt zusammengefasst: Der Phasenverschiebungswinkel kann bei einer Temperatur von T₁ = 50 °C durch die Einflussgrößen "Erweichungspunkt Ring und Kugel", "Nadelpenetration" und "Brechpunkt nach Fraaß" signifikant beschrieben werden. Das Bestimmtheitsmaß beträgt 95,963 %.

.....

Die Gleichung lautet:

δ = 1	106,740	1 - 0,9	5001 • EP + 0,2709 pen + 1,5305 • BP	(8)
mit	δ	=	Phasenverschiebungswinkel bei einer Te von T ₁ = 50 °C	emperatur
	EP	=	Erweichungspunkt Ring und Kugel [°C]	
	pen	=	Nadelpenetration [1/10 mm]	
	BP	=	Brechpunkt nach Fraaß [°C]	

Anmerkung: Das hohe Bestimmtheitsmaß von 95,963 % kann nur erreicht werden, wenn die Gleichung mit den vierstelligen Angaben verwendet wird. Eine Reduzierung auf zwei Stellen führt zu Genauigkeitsverlusten.

In den nachfolgenden Abschnitten wird detailliert auf die einzelnen durchgeführten multiplen linearen Regressionsanalysen eingegangen, und es werden die Ergebnisse dieser statistischen Berechnungen angegeben.

2.3.2.1.2.2 Multiple lineare Regressionsanalysen an Originalbindemitteln und gealterten Bindemitteln

Für die Merkmalsgrößen G* und δ wurden sowohl für die Originalbindemittelsorten als auch für die gealterten Bindemittelsorten multiple lineare Regressionsanalysen gerechnet. Als Einflussgrößen wurden die aus den Bindemitteluntersuchungen ermittelten konventionellen Bindemittelkenndaten in die Regressionsrechnungen eingeführt.

Im einzelnen sind die folgenden Einflussgrößen zu nennen:

- 1. Erweichungspunkt Ring und Kugel [°C],
- 2. Nadelpenetration bei 25 °C [1/10 mm]
- 3. Brechpunkt nach Fraaß [°C],
- 4. Maximale Formänderungsarbeit [J] und
- 5. Elastische Rückstellung bei 25 °C [%].

Bei der Durchführung der Regressionsanalysen wurden zunächst alle fünf Einflussgrößen in der Regressionsrechnung berücksichtigt. Im iterativen Vorgehen wurden sodann die Einflussgrößen eliminiert, die keinen signifikanten Einfluss auf die Verbesserung des Bestimmtheitsmaßes ausüben können. Die multiplen linearen Regressionsanalysen wurden für die Merkmalsgrößen Phasenverschiebungswinkel δ und komplexer Schubmodul G* in Abhängigkeit der Prüfteemperaturen von T₁ = 50 °C, T₂ = 60 °C, T₃ = 70 °C und T₄ = 80 °C gerechnet. Werden in der multiplen linearen Regressionsanalysen alle fünf möglichen Einflussgrößen berücksichtigt, so ist das berechnete Bestimmtheitsmaß R² am größten. Dieses gilt unabhängig von den Merkmalsgrößen. Der besseren Übersicht wegen wird im Rahmen dieser Forschungsarbeit darauf verzichtet, die Ergebnisse vorzustellen, bei denen ein Bestimmtheitsmaß R² unter Berücksichtigung der fünf Einflussgrößen von R² < 90 % berechnet worden ist.

Unter Berücksichtigung der oben vorgegebenen Einschränkung konnten für die Merkmalsgröße komplexer Schubmodul G* keine mathematisch abgesicherten Zusammenhänge festgestellt werden.

Anders verhält es sich für die Merkmalsgröße Phasenverschiebungswinkel $\boldsymbol{\delta}.$

Die Ergebnisse der iterativen multiplen linearen Regressionsanalysen in Abhängigkeit von der Prüftemperatur T für die Merkmalsgröße Phasenverschiebungswinkel δ sind in der Tabelle 2.3.2.1.1 jeweils zusammen für die Original - und gealterten Bindemittel, für die Originalbindemittel und für die gealterten Bindemittel getrennt voneinander dargestellt.

In den Regressionsrechnungen sind auch die Ergebnisse eingeflossen, die bei verschiedenen Frequenzstufen in Abhängigkeit von der jeweiligen Temperatur T ermittelt worden sind.

Demnach kann aus der Tabelle 2.3.2.1.1 im oberen Drittel der Ergebnisdarstellung das Ergebnis der multiplen linearen Regressionsanalysen für die Merkmalsgröße Phasenverschiebungswinkel δ unter Berücksichtigung der Datenmenge der Originalbindemittel und gealterten Bindemittel wie folgt abgelesen werden. Für die drei gewählten Prüftemperaturen von T₁ = 50 °C, T₂ = 60 °C und T₃ = 70 °C kann gefolgert werden, dass der Phasenverschiebungswinkel δ durch die vier Einflussgrößen Erweichungspunkt Ring und Kugel, Nadelpenetration, Brechpunkt nach Fraaß und elastische Rückstellung beschrieben werden kann. Die Einflussgröße maximale Formänderungsarbeit hat hierbei keinen Einfluss auf die Bestimmung des Phasenverschiebungswinkel δ . In Abhängigkeit der Prüftemperatur T wurden Bestimmtheitsmaße zwischen 91,92 bis 93,945 % berechnet (vgl. Spalte 9, Zeilen 3 bis 5 der Tabelle).

Außerdem kann aus der Tabelle die Wirkungsrichtung der verschiedenen Einflussgrößen aufgrund des Vorzeichens der Regressionskoeffizienten bestimmt werden. So zeigt sich, dass bei einer Temperatur von $T_1 = 50$ °C der Phasenverschiebungswinkel δ mit abnehmendem Erweichungspunkt Ring und Kugel (das Vorzeichen des Regressionskoeffizienten ist mit einem Minus versehen), mit höheren Werten für die Nadelpenetration, mit höheren Werten des Brechpunktes nach Fraaß und mit abnehmender elastischer Rückstellung größer wird (vgl. dritte Zeile der Tabelle).

Merkmalsgröße:		Phasenverschiebungswinkel δ								
Gültig für:	Temperatur [°C]	Koeffizient Erweichungs- punkt RuK [-]	Koeffizient Nadel- penetration [-]	Koeffizient Brechpunkt nach Fraaß [-]	Koeffizient max. Form- änderungs- arbeit [-]	Koeffizient Elastische Rückstellung [-]	Regressions- konstante [-]	Bestimmtheits- maß [%]		
alle Original- und gealterten Bindemittel	50	-0,3767	0,1884	0,7767	0	-0,0683	95,9932	91,92		
alle Original- und gealterten Bindemittel	60	-0,2244	0,21	0,9098	0	-0,1249	94,2627	93,945		
alle Original- und gealterten Bindemittel	70	-0,2501	0,2124	1,0904	0	-0,1228	101,1869	92,603		
alle Originalbindemittel	50	-0,5001	0,2709	1,5305	0	0	106,7401	95,963		
alle Originalbindemittel	60	-0,4094	0,267	1,7879	2,7159	-0,1077	111,1098	98,936		
alle Originalbindemittel	70	-0,6849	0,2932	2,3665	5,0447	-0,0859	133,7322	98,644		
alle Originalbindemittel	80	-0,9218	0,2628	2,5315	4,8944	0	150,5096	97,203		
alle gealterten Bindemittel	50	-0,5764	0	0	0	-0,0741	106,0195	95,207		
alle gealterten Bindemittel	60	-0,469	0	0	0	-0,1405	106,4563	96,261		
alle gealterten Bindemittel	70	-0,4618	0	0	0	-0,1603	110,1777	95,813		
alle gealterten Bindemittel	80	-0,6367	-0,1489	0	0	-0,1175	127,1164	94,168		

Tabelle 2.3.2.1.1.: Ergebnisse der **iterativen multiplen linearen Regressionsanalysen in Abhängigkeit von der Temperatur T für** die Merkmalsgröße **Phasenverschiebungswinkel** δ

Das Bestimmtheitsmaß für diese Regressionsanalyse wurde mit 91,92 % ermittelt.

An dieser Stelle sei noch einmal darauf hingewiesen, dass für die Originalbindemittel und gealterten Bindemittel bei einer Temperatur von $T_4 = 80$ °C unter Berücksichtigung der fünf Einflussgrößen ein Bestimmtheitsmaß von $R^2 < 90$ % gefunden wurde. Daher wurde auf die Darstellung dieses Ergebnisses in dieser Tabelle verzichtet.

Im mittleren Teil der Ergebnistabelle 2.3.2.1.1 sind die multiplen linearen Regressionsanalysen für die Merkmalsgröße **Phasenverschiebungswinkel** δ unter Berücksichtigung der Originalbindemittel durchgeführt worden. Hier konnten für alle vier Temperaturstufen Bestimmtheitsmaße von > 90 % berechnet werden. Für die Originalbindemittel gilt, dass bei einer **Temperatur von T₁ = 50 °C** der Phasenverschiebungswinkel δ durch die Einflussgrößen Erweichungspunkt Ring und Kugel, Nadelpenetration und Brechpunkt nach Fraaß hinreichend genau beschrieben werden kann. Das Bestimmtheitsmaß R² beträgt 95,963 %. Bei den Temperaturen von $T_2 = 60$ °C und $T_3 = 70$ °C werden alle fünf Einflussgrößen benötigt, um einen statistisch signifikanten Zusammenhang erklären zu können, wobei das Bestimmtheitsmaß \mathbb{R}^2 mit 98,644 bzw. 98,936 % als sehr hoch eingeschätzt werden kann. Bei einer Temperatur von T₄ = 80 °C werden für die Beschreibung des Phasenverschiebungswinkels & der Erweichungspunkt Ring und Kugel, die Nadelpenetration, der Brechpunkt nach Fraaß und die Formänderungsarbeit benötigt. Auch hier ist das berechnete Bestimmtheitsmaß mit R^2 = 97,203 % als sehr hoch einzustufen.

Im unteren Drittel dieser Tabelle sind die Ergebnisse für die gealterten Bindemittelsorten wiedergegeben. Hier zeigt sich, dass bei den Temperaturen von $T_1 = 50$ °C, $T_2 = 60$ °C und $T_3 = 70$ °C nur zwei Einflussgrößen ausreichen, um die Merkmalsgröße Phasenverschiebungswinkel δ mathematisch beschreiben zu können. Dieses sind der Erweichungspunkt Ring und Kugel und die elastische Rückstellung. Für diese Regressionsrechnungen wurden Bestimmtheitsmaße von 95,207 bis 95,813 % gefunden. Abweichend von den oben beschriebenen Temperaturstufen kann für die Temperaturstufe von $T_4 = 80$ °C festgehalten werden, dass neben dem Erweichungspunkt Ring und Kugel und der elastischen Rückstellung auch noch die Nadelpenetration benötigt wird, um den Phasenverschiebungswinkel δ in Abhängigkeit der drei Einflussgrößen mathematisch zu beschreiben. Das Bestimmtheitsmaß wurde mit 94,168 % errechnet.

Weiterhin wurden multiple lineare Regressionsanalysen für die Merkmalsgrößen für jeweils konstante Frequenzstufen in Abhängigkeit der verschiedenen Prüftemperaturen gerechnet. Die Ergebnisse, bei denen Bestimmtheitsmaße unter Berücksichtigung der fünf möglichen Einflussgrößen von über 90 % nachgewiesen werden konnten, sind in der Tabelle 2.3.2.1.2 zusammengefasst.

Aus dieser Tabelle kann abgelesen werden, dass lediglich für die Merkmalsgröße Phasenverschiebungswinkel δ dieses Kriterium erfüllt wurde. Die dargestellten Ergebnisse enthalten das Datenmaterial der Originalbitumen und gealterten Bindemittelsorten.

Merkmalsgröße:		Phasenverschiebungswinkel δ										
gültig für:		alle Originalbindemittel und gealterten Bindemittel										
Temperatur [°C]	Frequenz [Hz]	Koeffizient Erweichungs- punkt RuK [-]	Koeffizient Nadel- penetration [-]	Koeffizient Brechpunkt nach Fraaß [-]	Koeffizient max. Form- änderungs- arbeit [-]	Koeffizient Elastische Rückstellung [-]	Regressions- konstante [-]	Bestimmtheits- maß [%]				
50	1,59	-0,5529	0	0	0	-0,0932	106,7306	87,688				
50	4	-0,475	0,22	1,2056	0	0	102,5426	89,736				
50	6	-0,4697	0,1924	0,7659	0	0	97,4395	92,881				
60	1,59	0	0,2756	1,196	0	-0,178	84,51	90,634				
60	4	0	0,262	1,036	0	-0,1707	81,7272	92,57				
60	6	0	0,2567	1,0265	0	-0,1645	81,1807	92,048				
70	1,59	0	0,2929	1,4697	0	-0,1697	90,3414	87,837				
70	4	0	0,27	1,2773	0	-0,1755	87,7916	91,662				
70	6	0	0,2574	1,1135	0	-0,1774	86,0094	91,502				
80	1,59	-0,5965	0,1366	1,3455	0	0	126,85	89,237				
80	4	0	0,2589	1,3819	0	-0,161	91,7699	86,491				
80	6	0,2387	1,331	0	0	-0,1612	91,0878	86,113				

Tabelle 2.3.2.1.2.: Ergebnisse multipler iterativer linearer Regressionsanalysen in Abhängigkeit von Temperatur- und Frequenzstufen für die Merkmalsgröße Phasenverschiebungswinkel δ und alle Originalbindemittel und RTFOT-gealterten Bindemittel Zur Beschreibung des mathematischen Zusammenhanges für den Phasenverschiebungswinkel δ werden in Abhängigkeit der Prüftemperaturen und der Frequenzen unterschiedliche Einflussgrößen benötigt. So kann aus der Tabelle abgelesen werden, dass bei einer Prüftemperatur von T₁ = 50 °C einer Frequenz von f₁ = 1,59 Hz lediglich der Erweichungspunkt Ring und Kugel und die elastische Rückstellung benötigt werden. Wird die Frequenz auf f₂ = 4 Hz bzw. f₃ = 6 Hz bei gleicher Temperatur von T₁ = 50 °C erhöht, so müssen zur Beschreibung des mathematischen Zusammenhangs noch die Nadelpenetration und der Brechpunkt nach Fraaß hinzugenommen werden. Der Einfluss aus der elastischen Rückstellung ist bei diesen Frequenzen zu vernachlässigen. Bei einer Temperatur von T₂ = 60 °C zeigt sich ein von der Frequenz unabhängiges Ergebnis. Hier kann der Phasenverschiebungswinkel δ durch die Kenntnis der Nadelpenetration, des Brechpunktes nach Fraaß und der elastischen Rückstellung signifikant beschrieben werden. Der gleiche Zusammenhang gilt auch für die Temperaturstufe von T₃ = 70 °C.

In den letzten drei Zeilen der Tabelle 2.3.2.1.2 sind die Ergebnisse der iterativen multiplen linearen Regressionsanalyse für **die Temperaturstufe von T**₄ = 80 °C wiedergegeben. Hier kann konstatiert werden, dass bei **allen drei Frequenzstufen mindestens drei Einflussgrößen** zur Beschreibung des Phasenverschiebungswinkels δ benötigt werden. Das **größte Bestimmtheitsmaß** wurde bei einer **Frequenz von f**₁ = 1,59 Hz festgestellt.

Hier werden für die Berechnung des Phasenverschiebungswinkels δ der Erweichungspunkt Ring und Kugel, die Nadelpenetration und der Brechpunkt nach Fraaß benötigt.

Bei diesen Regressionen wurden sowohl die Daten der Originalbindemittel als auch die der gealterten Bindemittel gleichzeitig berücksichtigt.

In den nächsten Abschnitten sollen weiterhin multiple lineare Regressionsanalysen getrennt für die Originalbindemittelsorten und die nach dem RTFOT-Verfahren gealterten Bindemittelsorten in Abhängigkeit der gewählten Frequenzstufen und der Prüftemperatur T berechnet werden.

2.3.2.1.2.3 Multiple lineare Regressionsanalysen an Originalbindemitteln

Wie bereits im vorherigen Abschnitt erwähnt, soll im nächsten Abschnitt mit Hilfe multipler linearer Regressionsanalysen ein **mathematischer Zusammenhang** zwischen den Merkmalsgrößen δ und G* und den Einflussgrößen der konventionellen Bindemittelkenndaten für die Originalbindemittel in Abhängigkeit von der Prüftemperatur T und der gewählten Frequenzstufen hergestellt werden.

Auch in diesem Abschnitt sollen **nur die Ergebnisse** der multiplen linearen Regressionsanalysen vorgestellt werden, bei denen unter Berücksichtigung aller fünf Einflussgrößen **ein Bestimmtheitsmaß von R² > 90 %** errechnet wurde.

Durch das Rechnen multipler linearer Regressionsanalysen für jeweils konstante Frequenz- und Temperaturstufen konnte für die Merkmalsgröße Phasenverschiebungswinkel δ ein signifikant statistischer Zusammenhang mit Bestimmtheitsmaßen von R² > 90 % hergestellt werden.

Die Ergebnisse der iterativen multiplen linearen Regressionsanalysen für die Merkmalsgröße Phasenverschiebungswinkel δ in Abhängigkeit von der Prüfteemperatur T und der Frequenz f können der Tabelle 2.3.2.1.3 entnommen werden.

Aus der Tabelle kann abgelesen werden, dass **der Phasenverschiebungswinkel** δ für die **Temperaturstufen von T**₁ = **50** °C, **T**₃ = **70** °C und T₄ = **80** °C und **unabhängig von der Frequenz f** mit Hilfe des **Erweichungspunktes Ring und Kugel, der Nadelpenetration** und des **Brechpunktes nach Fraaß** gut beschrieben werden kann. Die hohen Bestimmtheitsmaße zwischen 94,797 % und 98,439 % verdeutlichen insbesondere diese Aussage.

Merkmalsgröße:				Phasenverscl	niebungswink	el δ				
gültig für:	alle Originalbindemittel									
Temperatur [°C]	Frequenz [Hz]	Koeffizient Erweichungs- punkt RuK [-]	Koeffizient Nadel- penetration [-]	Koeffizient Brechpunkt nach Fraaß [-]	Koeffizient max. Form- änderungs- arbeit [-]	Koeffizient Elastische Rückstellung [-]	Regressions- konstante [-]	Bestimmtheits- maß [%]		
50	1,59	-0,5759	0,2628	1,6516	0	0	114,1746	97,585		
50	4	-0,4612	0,3054	1,9024	0	0	107,5774	97,86		
50	6	-0,4633	0,2445	1,0376	0	0	98,4682	98,439		
60	1,59	-0,4813	0,2902	1,8934	0	0	114,6284	97,633		
60	4	0	0,2352	1,1546	0	-0,1596	84,753	97,491		
60	6	0	0,2332	1,1949	0	-0,154	84,8465	98,87		
70	1,59	-0,477	0,2839	1,9811	0	0	119,2805	96,668		
70	4	-0,4845	0,2866	1,9332	0	0	117,5099	97,85		
70	6	-0,4851	0,2659	1,6674	0	0	114,8716	97,42		
80	1,59	-0,5857	0,1776	1,5789	0	0	128,0068	94,797		
80	4	-0,4824	0,2362	1,7325	0	0	120,2956	96,842		
80	6	-0,4722	0,2458	1,8379	0	0	119,8895	97,1		

Tabelle 2.3.2.1.3.: Ergebnisse **multipler iterativer linearer Regressionsanalysen** in **Abhängigkeit von Temperatur- und Frequenzstufen** für die **Merkmalsgröße Phasenverschiebungswinkel** δ und **alle Originalbindemittel**

Bei einer Temperatur von $T_2 = 60$ °C werden in Abhängigkeit der gewählten Frequenz unterschiedliche Einflussgrößen zur Beschreibung des mathematischen Zusammenhanges benötigt. So wird bei einer Frequenz von $f_1 = 1,59$ Hz neben der Nadelpenetration und des Brechpunktes nach Fraaß auch der Erweichungspunkt Ring und Kugel benötigt. Bei den Frequenzstufen von $f_2 = 4$ Hz und $f_3 = 6$ Hz kann auf den Einfluss des Erweichungspunktes Ring und Kugel verzichtet werden, wenn der Einfluss aus der elastischen Rücksttellung hinzugenommen wird. Auch hier liegen die Bestimmtheitsmaße zwischen 97,491 % und 98,87 %. Ein einheitliches Bild ergibt sich für die Temperaturstufen von $T_3 = 70$ °C und $T_4 = 80$ °C. Unabhängig von der Frequenzstufe lässt sich der Phasenverschiebungswinkel δ mit Hilfe des Erweichungspunktes Ring und Kugel, der Nadelpenetration und des Brechpunktes nach Fraaß mit Bestimmtheitsmaßen von $R^2 = 94,797$ % bis $R^2 = 97,85$ % sehr gut beschreiben.

2.3.2.1.2.4 Multiple lineare Regressionsanalysen an RTFOT-gealterten Bindemitteln

Wie bereits im vorigen Kapitel beschrieben, sollen in dem nachfolgenden Abschnitt die Untersuchungen an **den gealterten Bindemittelsorten** weiter fortgeführt werden.

Es wurde auch für die gealterten Bindemittelsorten versucht einen mathematischen Zusammenhang zwischen den Merkmalsgrößen G* und δ und den fünf Einflussgrößen herzustellen.

Unter der Voraussetzung, dass nur Ergebnisse von multiplen linearen Regressionsanalysen berücksichtigt werden, bei denen das **entsprechende Bestimmtheitsmaß > 90 %** beträgt, ergibt sich **auch für die gealterten Bindemittelsorten**, dass für die **Merkmalsgröße Phasenverschiebungswinkel** δ ein mathematischer Zusammenhang mittels multipler linearer Regressionsanalysen hergestellt werden konnte.

Die Ergebnisse, die für konstante Frequenzstufen und konstante Prüftemperatur T gelten sind in der Tabelle 2.3.2.1.4 in tabellarischer Form dargestellt.

Dieser Tabelle kann leicht entnommen werden, dass in 10 von 12 Variationsmöglichkeiten der **Phasenverschiebungswinkel** δ nur **durch zwei Einflussgrößen** sehr gut beschrieben werden kann. Kennt man die Werte des **Erweichungspunktes Ring und Kugel** und die Werte der **elastischen Rückstellung**, so kann der Phasenverschiebungswinkel δ mit Hilfe dieser zwei Einflussgrößen mit Bestimmtheitsmaßen zwischen R² = 91,542 % und R² = 96,855 % sehr gut berechnet werden.

Dabei zeigt sich, dass der Phasenverschiebungswinkel δ mit kleineren Werten des Erweichungspunktes Ring und Kugel und kleineren Werten der elastischen Rückstellung größer wird.

Merkmalsgröße:	Phasenverschiebungswinkel δ									
gültig für:	alle gealterten Bindemittel									
Temperatur [°C]	Frequenz [Hz]	Koeffizient Erweichungs- punkt RuK [-]	Koeffizient Nadel- penetration [-]	Koeffizient Brechpunkt nach Fraaß [-]	Koeffizient max. Form- änderungs- arbeit [-]	Koeffizient Elastische Rückstellung [-]	Regressions- konstante [-]	Bestimmtheits- maß [%]		
50	1,59	-0,58	0	0	0	-0,1034	108,4774	95,734		
50	4	-0,8164	-0,1221	-0,8243	2,2745	-0,1157	113,9833	98,644		
50	6	-0,7539	-0,0835	-0,6917	2,0162	-0,1013	109,6569	98,652		
60	1,59	-0,4925	0	0	0	-0,1509	109,2023	97,35		
60	4	-0,4581	0	0	0	-0,1399	105,5715	96,604		
60	6	-0,4563	0	0	0	-0,1306	104,5951	96,24		
70	1,59	-0,5167	0	0	0	-0,1593	114,6621	96,565		
70	4	-0,4453	0	0	0	-0,1603	108,8879	96,757		
70	6	-0,4234	0	0	0	-0,1614	106,9832	96,855		
80	1,59	-0,5089	0	0	0	-0,1421	116,4794	93,367		
80	4	-0,4304	0	0	0	-0,1572	110,3437	93,781		
80	6	-0,3394	0	0	0	-0,1667	103,9298	91,542		

Tabelle 2.3.2.1.4.:Ergebnisse multipler iterativer linearer Regressionsanalysen in Abhängigkeit von Temperatur- und Frequenzstufen
für die Merkmalsgröße Phasenverschiebungswinkel δ und alle RTFOT-gealterten Bindemittel

Bei einer Temperatur von $T_1 = 50$ °C und der Frequenzstufe $f_2 = 4$ Hz und $f_3 = 6$ Hz werden für die Beschreibung des Phasenverschiebungswinkels δ alle fünf Einflussgrößen der konventionellen Bindemittelkenndaten benötigt. Hier wurden Bestimmtheitsmaße von $R^2 = 98,644$ % und $R^2 = 98,652$ % errechnet.

2.3.2.2 Kriechversuche

In den nächsten Abschnitten sollen die Ergebnisse der Kriechversuche mittels Regressionsanalysen weiter ausgewertet werden.

2.3.2.2.1 Regressionsanalysen mit einer Einflussgröße

Mit Hilfe von Exponential -, Polynom -, Potenz - und einfachen linearen Funktionen werden nun Regressionsrechnungen gerechnet, um die quantitativen Zusammenhänge zwischen Einfluss - und Merkmalsgrößen zu ermitteln.

2.3.2.2.1.1 Kriechdehnung (Belastungsphase) in Abhängigkeit von der Zeit t bei Temperaturstufen von T = 50 °C, 60 °C und 70 °C für die acht Original- und gealterten Bindemittelsorten

Wie bereits im Abschnitt 2.2.3 beschrieben, sind für die einzelnen acht Bindemittelsorten im gealterten und nicht gealterten Zustand bei drei Temperaturstufen von T₁ = 50 °C, T₂ = 60 °C und T₃ = 70 °C und jeweils drei Schubspannungsstufen von τ_1 = 100 Pa, τ_2 = 500 Pa und τ_3 = 1000 Pa in Abhängigkeit von der Zeit t Kriechdehnungen ermittelt worden.

Den Abbildungen 2.3.2.2.1 bis 2.3.2.2.4 können für jede Bindemittelsorte und Temperaturstufe T die gemessenen Dehnungen in Abhängigkeit von der Versuchszeit t bis zum Ende der Belastungsphase von t = 180 s entnommen werden.

Der mathematische Zusammenhang zwischen der Kriechdehnung und der Zeit in Abhängigkeit von den oben beschriebenen Parameterkombinationen kann mit Hilfe einfacher linearer Regressionsgeraden hinreichend genau beschrieben werden. Das verdeutlichten hohe Bestimmtheitsmaße R² in der Mehrzahl der Fälle von 1. An dieser Stelle wird darauf hingewiesen, dass die viskosen elastischen Anteile aus der Dehnungskurve im ersten Teil der Belastungsphase durch einen linearen Ansatz praktisch kaum Berücksichtigung finden.

Eine generelle Beschreibung der Verläufe der Kriechdehnungsverläufe wurde bereits in Abschnitt 2.2.3 "Ergebnisse der Kriechversuche" vorgenommen.







Abbildung 2.3.2.2.2: Kriechdehnung (Belastungsphase, t); T = 60 °C, 30/45 Hersteller 1



Abbildung 2.3.2.2.3: Kriechdehnung (Belastungsphase, t); T = 70 °C, 30/45 Hersteller 1





120



Abbildung 2.3.2.2.5: Kriechdehnung (Belastungsphase, t); T = 60 °C, 70/100 Hersteller 1



Abbildung 2.3.2.2.6: Kriechdehnung (Belastungsphase, t); T = 70 °C, 70/100 Hersteller 1



Abbildung 2.3.2.2.7: Kriechdehnung (Belastungsphase, t); T = 50 °C, PmB 45 A Hersteller 1



Abbildung 2.3.2.2.8: Kriechdehnung (Belastungsphase, t); T = 60 °C, PmB 45 A Hersteller 1



Abbildung 2.3.2.2.9: Kriechdehnung (Belastungsphase, t); T = 70 °C, PmB 45 A Hersteller 1



Abbildung 2.3.2.2.10: Kriechdehnung (Belastungsphase, t); T = 50 °C, PmB H Hersteller 4



Abbildung 2.3.2.2.11: Kriechdehnung (Belastungsphase, t); T = 60 °C, PmB H Hersteller 4



Abbildung 2.3.2.2.12: Kriechdehnung (Belastungsphase, t); T = 70 °C, PmB H Hersteller 4







Abbildung 2.3.2.2.14: Kriechdehnung (Belastungsphase, t); T = 60 °C, PmB H Hersteller 2



Abbildung 2.3.2.2.15: Kriechdehnung (Belastungsphase, t); T = 70 °C, PmB H Hersteller 2



Abbildung 2.3.2.2.16: Kriechdehnung (Belastungsphase, t); T = 50 °C, PmB 25 A Hersteller 2



Abbildung 2.3.2.2.17: Kriechdehnung (Belastungsphase, t); T = 60 °C, PmB 25 A Hersteller 2



Abbildung 2.3.2.2.18: Kriechdehnung (Belastungsphase, t); T = 70 °C, PmB 25 A Hersteller 2



Abbildung 2.3.2.2.19: Kriechdehnung (Belastungsphase, t); T = 50 °C, PmB 45 A Hersteller 2







Abbildung 2.3.2.2.21: Kriechdehnung (Belastungsphase, t); T = 70 °C, PmB 45 A Hersteller 2







Abbildung 2.3.2.2.23: Kriechdehnung (Belastungsphase, t); T = 60 °C, PmB 25 A Hersteller 3



Abbildung 2.3.2.2.24: Kriechdehnung (Belastungsphase, t); T = 70 °C, PmB 25 A Hersteller 3

2.3.2.2.1.2 Kriechdehnungskurven gleicher Schubspannungsstufen

Der Einfluss der **Temperatur** auf die Merkmalsgrößen Kriechdehnung nach einer Kriechdauer von t = 0,062 s, Kriechdehnung nach einer Kriechdauer von t = 180 s, Kriechdehnung nach einer Kriecherholungsdauer von t = 600 s und Viskosität wurde für die acht Original- und gealterten Bindemittelsorten getrennt für die Schubspannungsstufen von τ_1 = 100 Pa, τ_2 = 500 Pa und τ_3 = 1000 Pa grafisch dargestellt. Außerdem wurden mit Hilfe von einfach regressionslinearen Analysen mathematische Zusammenhänge ermittelt.

Die Ergebnisse sollen nun getrennt für jede Merkmalsgröße vorgestellt werden.

a) Merkmalsgröße Kriechdehnung nach einer Kriechdauer von t = 0,062 s

Den Abbildungen 2.3.2.2.25 bis 2.3.2.2.32 kann der Einfluss der Temperatur T auf die Merkmalsgröße Kriechdehnung nach einer Kriechdauer von t = 0,062 s für alle Bindemittelsorten sowohl im nicht gealterten als auch im gealterten thermischen Beanspruchungszustand für die drei betrachteten Schubspannungsstufen entnommen werden.

Aus den Grafiken können die folgenden Zusammenhänge abgelesen werden:

1.

KD _{t = 0,062 s} (T+ Δ T) > KD _{t = 0,062 s} (T); gültig für τ = const., alle Originalbindemittel und gealterte Bindemittel; mit T+ Δ T > T

- Die Kurvenverläufe können bei allen Bindemittelsorten sowohl im nicht gealterten als auch im gealterten thermischen Beanspruchungszustand durch exponentielle Regressionsansätze beschrieben werden. Es wurden Bestimmtheitsmaße zwischen 0,9757 und 1,0 errechnet.
- 3. Für alle Bindemittelsorten im nicht gealterten thermischen Beanspruchungszustand gilt, dass bei jeweils konstanter Temperaturstufe T mit zunehmender Schubspannung die Werte der Kriechdehnungen nach einer Kriechdauer t = 0,062 s größer werden.

KD t = 0,062 s (τ + $\Delta \tau$) > KD t = 0,062 s (τ); gültig für T = const., alle Originalbindemittel und gealterte Bindemittel; mit τ + $\Delta \tau$ > τ

4.

KD $_{t = 0,062}$ s, Original > KD $_{t = 0,062}$ s, gealtert; gültig für T = const., τ = const., alle Bindemittel



Abbildung 2.3.2.2.25: Kriechdehnung (T, *τ* = const.; t = 0,062 s); 30/45 Hersteller 1



Abbildung 2.3.2.2.26: Kriechdehnung (T, τ = const.; t = 0,062 s); 70/100 Hersteller 1







Abbildung 2.3.2.2.28: Kriechdehnung (T, τ = const.; t = 0,062 s); PmB H Hersteller 4







Abbildung 2.3.2.2.30: Kriechdehnung (T, τ = const.; t = 0,062 s); PmB 25 A Hersteller 2



Abbildung 2.3.2.2.31: Kriechdehnung (T, τ = const.; t = 0,062 s); PmB 45 A Hersteller 2



Abbildung 2.3.2.2.32: Kriechdehnung (T, τ = const.; t = 0,062 s); PmB 25 A Hersteller 3

b) Merkmalsgröße Kriechdehnung nach einer Kriechdauer von t = 180 s

Die im vorherigen Abschnitt a) beschriebenen Zusammenhänge gelten analog für die Merkmalsgröße der Kriechdehnungen nach einer Kriechdauer von t = 180 s. Neue oder abweichende Erkenntnisse sind auch aufgrund der variationsanalytischen Betrachtungen hier nicht zu erwarten (vgl. auch Abschnitt 2.3.1.4.3). Auf die grafischen Darstellungen des Einflusses von Temperatur und Schubspannung auf die Kriechdehnung nach einer Kriechdauer von t = 180 s für sämtliche Bindemittelsorten soll daher im Rahmen dieses Forschungsberichtes verzichtet werden. Es sei noch erwähnt, dass die festgestellten Werte der Kriechdehnungen nach einer Kriechdauer von t = 180 s naturgemäß größer ausfallen als die entsprechenden Werte der Kriechdehnungen nach einer Kriechdauer von t = 0,062 s. Der zeitliche Verlauf der Kriechdehnungen wurde bereits im Abschnitt 2.3.2.2.1.1 mathematisch beschrieben.

c) Kriechdehnung nach einer Kriecherholungsdauer von t = 600 s

Die in **Abschnitt a)** aufgelisteten **Zusammenhänge gelten in analoger Weise** auch für die Merkmalsgröße Kriechdehnung nach einer Kriecherholungsdauer von t = 600 s. Die grafischen Darstellungen des Einflusses von Temperatur und Schubspannung auf die Kriechdehnungen nach einer Kriecherholungsdauer von t = 600 s für sämtliche Bindemittelsorten führen zu keinen neuen Erkenntnissen und werden daher im Rahmen dieses Forschungsberichtes nicht weiter betrachtet (vgl. auch Abschnitt 2.3.1.4.3).

d) Merkmalsgröße Viskosität

Die Abhängigkeit der Merkmalsgröße Viskosität von der Temperatur T der insgesamt acht Bindemittelsorten im nicht gealterten und gealterten thermischen Beanspruchungszustand für jeweils konstante Schubspannungsstufen kann aus den Abbildungen 2.3.2.2.33 bis 2.3.2.2.40 abgelesen werden.

Nach Betrachtung der einzelnen Graphen der o.g. Darstellungen können die folgenden Zusammenhänge konstatiert werden:

1.

Viskosität (T+ Δ T) < Viskosität (T); gültig für τ = const.; alle Originalbindemittel und gealterte Bindemittel; mit T+ Δ T > T

- 2. Der Zusammenhang zwischen der Temperatur T und Viskosität kann mathematisch für alle Bindemittelsorten sowohl im nicht gealterten als auch im gealterten thermischen Beanspruchungszustand mit Hilfe von exponentiellen Regressionsansätzen beschrieben werden. Bestimmtheitsmaße wurden zwischen 0,9668 und 1,0 errechnet.
- 3.

Viskosität _{gealtert} > Viskosität _{Original}; gültig für T = const.; alle Bindemittel außer PmB H Hersteller 4


Abbildung 2.3.2.2.33: Viskosität (T; τ = const.); 30/45 Hersteller 1



Abbildung 2.3.2.2.34: Viskosität (T; τ = const.); 70/100 Hersteller 1



Abbildung 2.3.2.2.35: Viskosität (Τ; τ = const.); PmB 45 A Hersteller 2



Abbildung 2.3.2.2.36: Viskosität (Τ; τ = const.); PmB H Hersteller 4



Abbildung 2.3.2.2.37: Viskosität (T; τ = const.); PmB H Hersteller 2



Abbildung 2.3.2.2.38: Viskosität (Τ; τ = const.); PmB 25 A Hersteller 2



Abbildung 2.3.2.2.39: Viskosität (Τ; τ = const.); PmB 45 A Hersteller 2



Abbildung 2.3.2.2.40: Viskosität (T; τ = const.); PmB 25 A Hersteller 3

2.3.2.2.1.3 Isothermen

Die Definition einer Isotherme wurde bereits vorgestellt und kann im Abschnitt 2.3.2.1.1.2 nachgelesen werden.

Zur Ermittlung des Einflusses der Schubspannung und der Temperatur T für die Merkmalsgrößen Kriechdehnung nach einer Kriechdauer von t = 0,062 s, Kriechdehnung nach einer Kriechdauer von t = 180 s, Kriechdehnung nach einer Kriechdehnung nach einer Kriechdehnung schutzer von t = 600 s und Viskosität wurden Regressionsberechnungen durchgeführt.

Die Ergebnisse lassen sich in Abhängigkeit der Merkmalsgrößen wie folgt kommentieren:

a) Merkmalsgröße Kriechdehnung nach einer Kriechdauer von t = 0,062 s

Der Einfluss von Schubspannung und Temperatur T auf die Merkmalsgröße Kriechdehnung nach einer Kriechdauer von t = 0,062 s ist für alle Bindemittelsorten sowohl für den nicht gealterten als auch für den gealterten thermischen Beanspruchungszustand in den Abbildungen 2.3.2.2.41 bis 2.3.2.2.48 grafisch dargestellt.



Abbildung 2.3.2.2.41:

Kriechdehnung (τ , T = const., t = 0,062 s), 30/45 Hersteller 1







Abbildung 2.3.2.2.43:

Kriechdehnung (τ , T = const., t = 0,062 s), PmB 45 A Hersteller 1



Abbildung 2.3.2.2.44: Kriechdehnung (r, T = const., t = 0,062 s), PmB H Hersteller 4



Abbildung 2.3.2.2.45: Kriechdehnung (τ, T = const., t = 0,062 s), PmB H Hersteller 2



Abbildung 2.3.2.2.46: Kriechdehnung (τ , T = const., t = 0,062 s), PmB 25 A Hersteller 2



Abbildung 2.3.2.2.47: Kriechdehnung (τ , T = const., t = 0,062 s), PmB 45 A Hersteller 2



Abbildung 2.3.2.2.48: Kriechdehnung (r, T = const., t = 0,062 s), PmB 25 A Hersteller 3

Die folgenden Zusammenhänge können für die Merkmalsgröße Kriechdehnung (t = 0,062 s) aus den Abbildungen 2.3.2.2.41 bis 2.3.2.2.48 abgelesen werden:

1.

KD t = 0.062 s (τ + $\Delta \tau$) > KD t = 0.062 s (τ); gültig für T = const.; alle Originalbindemittel und gealterte Bindemittel; mit τ + $\Delta \tau$ > τ

- 2. Für die untersuchten Bindemittelsorten kann der Zusammenhang zwischen Schubspannung und der Kriechdehnung nach einer Kriechdauer von t = 0,062 s für konstante Temperaturstufen mit Hilfe einer einfachen linearen Regression sehr gut beschrieben werden. Die Bestimmtheitsmaße liegen zwischen $R^2 = 0,9830$ und $R^2 = 1,0$.
- 3.

KD _{t=0,062 s} (T+ Δ T) > KD _{t=0,062 s} (T); gültig für τ = const.; alle Originalbindemittel und gealterte Bindemittel; mit T+ Δ T > T

4.

 $\begin{array}{l} \frac{dKD}{d\tau}_{t\,=\,0,062\,s}(T+\Delta T) > \frac{dKD}{d\tau}_{t\,=\,0,062\,s}(T);\\ d\tau & \\ g \ddot{u} t ig \ f \ddot{u} r \ alle \ Original bindemittel \ und \ gealterte \ Bindemittel,\\ mit \ T+\Delta T > T \end{array}$

5.

KD t = 0,062 s, Original > KD t = 0,062 s, gealtert; gültig für T = const., τ = const.; alle Bindemittelsorten

b),c) Merkmalsgrößen Kriechdehnung nach einer Kriechdauer von t = 180 s und Kriechdehnung nach einer Kriecherholungsdauer von t = 600 s

Die aus Abschnitt a) dargestellten Zusammenhänge gelten ausnahmslos auch für die Merkmalsgrößen Kriechdehnung nach einer Kriechdauer von t = 180 s und Kriechdehnung nach einer Kriecherholungsdauer von t = 600 s. Auf eine separate Darstellung dieser Ergebnisse wird aus bekannten Gründen deshalb hier verzichtet.

d) Merkmalsgröße Viskosität

Der Einfluss von **Spannung** und **Temperatur T** auf die Merkmalsgröße **Viskosität** ist für **alle Bindemittelsorten** für den **nicht gealterten** und den **gealterten thermischen Beanspruchungszustand** in Form von Isothermen in den Abbildungen 2.3.2.2.49 bis 2.3.2.2.56 grafisch wiedergegeben. Die folgenden Zusammenhänge lassen sich aus diesen Diagrammen ableiten:

1.

Viskosität (T+ Δ T) < Viskosität (T), gültig für τ = const.; alle Originalbindemittel und gealterten Bindemittel

2. Bei gleicher Temperaturstufe und sonst gleichen Prüfrandbedingungen liegen die festgestellten Werte der Viskosität bei allen Bindemittelsorten im gealterten thermischen Beanspruchungszustand auf höherem Niveau als die entsprechenden Werte im nicht gealterten thermischen Beanspruchungszustand. Eine Ausnahme ist zu nennen: Bindemittelsorte PmB H Hersteller 4, bei einer Temperaturstufe von $T_2 = 60$ °C.

Viskosität _{gealtert} > Viskosität _{Original}, gültig für T = const., τ = const.; alle Bindemittelsorten außer PmB H Hersteller 4 bei T₂ = 60 ° C

- Der Zusammenhang zwischen der Spannung und der Viskosität bei konstanten Temperaturstufen konnte für alle Bindemittelsorten im gealterten und nicht gealterten thermischen Beanspruchungszustand mit Hilfe von Polynomen zweiten Grades als Regressionsansätze und Bestimmtheitsmaßen mit R² = 1,0 beschrieben werden.
- 4.

Viskosität (τ) \approx const.; gültig für T = 60 ° C und T = 70 ° C alle Originalbindemittel und gealterten Bindemittel außer PmB H Hersteller 4 und PmB 25 A Hersteller 3

Viskosität (τ) \approx const.; gültig für T = 70 ° C sowie Originalbindemittel und gealterten Bindemittel der Sorten PmB H Hersteller 4 und PmB 25 A Hersteller 3



Abbildung 2.3.2.2.49: Viskosität (τ, T = const.), 30/45 Hersteller 1



Abbildung 2.3.2.2.50: Viskosität (τ, T = const.), 70/100 Hersteller 1



Abbildung 2.3.2.2.51: Viskosität (τ, T = const.), PmB 45 A Hersteller 1



Abbildung 2.3.2.2.52: Viskosität (r, T = const.), PmB H Hersteller 4



Abbildung 2.3.2.2.53: Viskosität (τ, T = const.), PmB H Hersteller 2



Abbildung 2.3.2.2.54: Viskosität (τ, T = const.), PmB 25 A Hersteller 2



Abbildung 2.3.2.2.55: Viskosität (τ, T = const.), PmB 45 A Hersteller 2



Abbildung 2.3.2.2.56: Viskosität (r, T = const.), PmB 25 A Hersteller 3

2.3.2.2.2 Multiple lineare Regressionsanalysen an Original- und gealterten Bindemitteln

In Anlehnung an die Vorgehensweise, die bei den multiplen linearen Regressionsanalysen der Oszillationsversuche angewendet worden ist, wurden für die Merkmalsgrößen Kriechdehnung nach einer Kriechdauer von t = 0,062 s, Kriechdehnung nach einer Kriechdauer von t = 180 s, Kriechdehnung nach einer Kriecherholungsdauer von t = 600 s und Viskosität multiple lineare Regressionsanalysen durchgeführt. Die Ergebnisse dieser Rechnungen sollen im nächsten Abschnitt vorgestellt werden.

Wie bereits im Abschnitt 2.3.2.1.2.1 erwähnt wurde, soll im Rahmen dieses Forschungsberichtes darauf verzichtet werden, Ergebnisse von multiplen Regressionsanalysen darzustellen, bei denen Bestimmtheitsmaße R^2 bestimmt worden sind, die geringer als 90 % sind.

In den Tabellen 2.3.2.2.1 bis 2.3.2.2.4 sind für die Merkmalsgrößen Kriechdehnungen nach einer Kriechdauer von t = 0,062 s, Kriechdehnung nach einer Kriechdauer t = 180 s, Kriechdehnung nach einer Kriecherholungsdauer von t = 600 s und Viskosität Ergebnisse multipler Regressionsanalysen aufgeführt, bei welchen unter Berücksichtigung der fünf konventionellen Bindemittelkenndaten Erweichungspunkt Ring und Kugel, Nadelpenetration, Brechpunkt nach Fraaß, maximale Formänderungsarbeit und elastische Rückstellung Bestimmtheitsmaße von mindestens 90 % berechnet worden sind.

Merkmalsgröße:	Kriechdehnung nach einer Kriechdauer von t = 0,062 s					
Gültig für:	Temperatur [°C]	Schub- spannung [Pa]	Koeffizient Nadel- penetration [-]	Koeffizient Elastische Rückstellung [-]	Regressions- konstante [-]	Bestimmtheits- maß [%]
alle Original- und gealterten Bindemittel	50	100	0,081	0	-1,1703	98,174
alle Original- und gealterten Bindemittel	50	500	0,4746	0	-7,8802	97,04
alle Original- und gealterten Bindemittel	50	1000	0,937	0	-15,0714	97,405
alle Original- und gealterten Bindemittel	60	100	0,3065	-0,0636	-1,0955	97,895
alle Original- und gealterten Bindemittel	60	500	1,6232	-0,2825	-9,5396	97,646
alle Original- und gealterten Bindemittel	60	1000	3,2966	-0,4641	-27,2056	97,78
alle Original- und gealterten Bindemittel	70	100	0,9823	-0,3108	1,246	94,88
alle Original- und gealterten Bindemittel	70	500	4,4982	-1,5973	29,9827	95,317
alle Original- und gealterten Bindemittel	70	1000	8,9523	-2,4753	23,1441	97,183
alle Originalbindemittel	50	100	0,0831	0	-1,3334	97,85
alle Originalbindemittel	50	500	0,5211	0	-10,4478	97,877
alle Originalbindemittel	50	1000	1,03	0	-20,0345	98,505
alle Originalbindemittel	60	100	0,325	-0,0805	-1,1992	99,578
alle Originalbindemittel	60	500	1,7682	-0,3644	-11,9123	99,853
alle Originalbindemittel	60	1000	3,589	-0,6418	-31,4833	99,943
alle Originalbindemittel	70	100	1,0698	-0,4074	1,988	98,255
alle Originalbindemittel	70	1000	9,3646	-3,0142	38,0238	98,606
alle gealterten Bindemittel	50	100	0,0809	0	-1,1071	98,736
alle gealterten Bindemittel	50	500	0,404	0	-5,1759	98,656
alle gealterten Bindemittel	50	1000	0,7845	0	-9,4455	98,795
alle gealterten Bindemittel	60	100	0,2796	-0,042	-1,2626	97,48
alle gealterten Bindemittel	60	500	1,3274	-0,1776	-5,585	98,698
alle gealterten Bindemittel	60	1000	2,7119	-0,2369	-20,3402	99,633
alle gealterten Bindemittel	70	100	0,8309	-0,1887	-0,2062	95,499
alle gealterten Bindemittel	70	500	3,8647	-0,8684	9,3896	98,312
alle gealterten Bindemittel	70	1000	7,7864	-1,8013	19,4418	97,581

Tabelle 2.3.2.2.1:Ergebnisse multipler linearer Regressionsanalysen in Abhängigkeit von der
Temperatur T und Schubspannungsstufen für die Merkmalsgröße Kriechdeh-
nung nach einer Kriechdauer von t = 0,062 s

Merkmalsgröße:	Kriechdehnung nach einer Kriechdauer von t = 180 s						
Gültig für:	Tempera- tur [°C]	Schub- span- nung [Pa]	Koeffizient Nadel- penetration [-]	Koeffizient max. Form- ände- rungs- arbeit [-]	Koeffizient Elastische Rückstellu- ng [-]	Regressi- ons- konstante [-]	Bestimmtheits- maß [%]
alle Original- und gealterten Bindemittel	50	100	114,2942		-65,9353	1080,7669	88,318
alle Original- und gealterten Bindemittel	60	100	624,9112		-382,6326	7400,7272	88,176
alle Original- und gealterten Bindemittel	60	1000	6764,5494		-3675,5698	55149,5988	88,64
alle Original- und gealterten Bindemittel	70	500	12279,5253		-8057,8088	211097,2172	89,204
alle Original- und gealterten Bindemittel	70	1000	25561,3574		-13148,8433	234030,5729	93,651
alle Original- bindemittel	50	100	146,6864	-2452,5606		-749,8892	92,698
alle Original- bindemittel	50	500	985,6002	-15235,649		-8310,418	92,145
alle Original- bindemittel	50	1000	1976,8302	-33725,728		-10873,1444	91,992
alle Original- bindemittel	60	100	720,5209		-494,118	8623,092	95,489
alle Original- bindemittel	60	500	4266,6286	-78105,342		-6625,4517	93,181
alle Original- bindemittel	60	1000	7730,1305		-4893,12	72763,9625	95,781
alle Original- bindemittel	70	100	2890,6728		-2094,8606	40761,9453	94,123
alle Original- bindemittel	70	1000	28699,3454		-16028,42	244324,0715	98,785
alle gealterten Bindemittel	50	100	92,3305		-46,4357	884,4913	85,405
alle gealterten Bindemittel	50	500	478,6465		-213,8013	3089,8864	87,698
alle gealterten Bindemittel	50	1000	983,8453		-430,8765	5927,3415	86,262
alle gealterten Bindemittel	60	100	453,6281		-241,9332	5515,2105	85,407
alle gealterten Bindemittel	60	500	2373,2838		-1146,4759	22948,0596	87,985
alle gealterten Bindemittel	60	1000	5017,6282		-2141,1609	30035,2514	89,066
alle gealterten Bindemittel	70	100	1798,4397		-971,4189	24493,646	87,826
alle gealterten Bindemittel	70	500	9195,7923		-4751,8851	128602,7857	91,135
alle gealterten Bindemittel	70	1000	19087,0805		-9507,5343	243654,06	90,489

Tabelle 2.3.2.2.2:

Ergebnisse multipler linearer Regressionsanalysen in Abhängigkeit von der Temperatur T und Schubspannungsstufen für die Merkmalsgröße Kriechdehnung nach einer Kriechdauer von t = 180 s

Merkmalsgröße:		Kriechdehnung nach einer Kriecherholungsdauer von t = 600 s					600 s
Gültig für:	Tempera- tur [°C]	Schub- span- nung [Pa]	Koeffizient Nadel- penetration [-]	Koeffizient max. Form- ände- rungs- arbeit [-]	Koeffizient Elastische Rückstel- Ilung [-]	Regressi- ons- konstante [-]	Bestimmtheits- maß [%]
alle Original- und gealterten Bindemittel	60	100	610,7408		-395,1773	8282,2171	87,604
alle Original- und gealterten Bindemittel	60	1000	6646,1785		-3770,0453	63060,3774	88,314
alle Original- und gealterten Bindemittel	70	500	12254,509		-8094,3873	212793,4956	89,103
alle Original- und gealterten Bindemittel	70	1000	25547,2041		-13185,1074	234891,7693	93,604
alle Original- bindemittel	50	100	140,9426	-2655,7582		-395,5765	91,669
alle Original- bindemittel	50	500	958,4016	-16216,399		-6505,0755	91,43
alle Original- bindemittel	50	1000	1927,0623	-35520,175		-7557,8215	91,293
alle Original- bindemittel	60	100	707,2349		-509,7212	9612,8173	95,221
alle Original- bindemittel	60	500	4191,2224	-80708,95		-1799,5092	92,554
alle Original- bindemittel	60	1000	7614,4294		-5012,803	81316,704	95,561
alle Original- bindemittel	70	100	2877,0562		-2123,4264	42284,854	93,94
alle Original- bindemittel	70	1000	28698,7915		-16070,7687	244389,5051	98,74
alle gealterten Bindemittel	50	500	457,5528		-225,49	3997,2935	86,422
alle gealterten Bindemittel	50	1000	941,978		-454,6118	7817,2171	85,039
alle gealterten Bindemittel	60	100	438,8026		-250,6514	6218,9122	84,429
alle gealterten Bindemittel	60	500	2329,7244		-1172,4099	25011,1156	87,503
alle gealterten Bindemittel	60	1000	4934,4543		-2203,8446	35551,8697	89,145
alle gealterten Bindemittel	70	100	1782,2218		-982,7964	25293,6426	87,625
alle gealterten Bindemittel	70	500	9183,3697		-4772,0429	129395,9692	91,088
alle gealterten Bindemittel	70	1000	19077,5184		-9535,5737	244354,861	90,457

Tabelle 2.3.2.2.3:

Ergebnisse multipler linearer Regressionsanalysen in Abhängigkeit von der Temperatur T und Schubspannungsstufen für die Merkmalsgröße Kriechdehnung nach einer Kriecherholungsdauer von t = 600 s

Merkmalsgröße:	Viskosität								
Gültig für:	Temperatur [°C]	Schub- spannung [Pa]	Koeffizient Erweichungs- punkt RuK [-]	Koeffizient Nadel- penetration [-]	Koeffizient Brechpunkt n. Fraaß [-]	Koeffizient max. Form- änderungs- arbeit [-]	Koeffizient Elastische Rückstellung [-]	Regressions- konstante [-]	Bestimmtheits- maß [%]
alle gealterten Bindemittel	50	100	4514,7583		-10722,027	58985,02	-1792,634	-357600,098	95,51
alle gealterten Bindemittel	50	500		-3920,5063	-28077,793	53537,959	-1665,6843	-146505,079	94,52
alle gealterten Bindemittel	50	1000	3429,8233		-7951,5597	45270,968	-1427,1177	-266629,886	91,354

Tabelle 2.3.2.2.4:Ergebnisse multipler linearer Regressionsanalysen in Abhängigkeit von der Temperatur T und
Schubspannungsstufen für die Merkmalsgröße Viskosität

Durch das iterative Vorgehen bei der Rechnung der multiplen linearen Regressionsanalysen konnten Signifikanztests bei einer Irrtumswahrscheinlichkeit von α = 5 % nachweisen, dass es im statistischen Sinne ausreichend ist, die Merkmalsgrößen mit den in den Tabellen 2.3.2.2.1 bis 2.3.2.2.4 angegebenen Einflussgrößen zu beschreiben. Daher können in den Tabellen auch Bestimmtheitsmaße auftauchen, die geringer als 90 % sind.

Aus den Tabellen kann ebenfalls entnommen werden, für welche Gruppen von Daten (das sind alle Original- und gealterten Bindemittel, alle Orginalbindemittel oder alle gealterten Bindemittel) die jeweiligen Ergebnisse der multiplen Regressionsanalysen gelten.

Das folgende Beispiel soll genauer erklären, wie die Tabellen 2.3.2.2.1 bis 2.3.2.2.4 zu lesen sind:

Betrachtet man exemplarisch die dritte Zeile der Tabelle 2.3.2.2.2, so gilt für die Ergebnisse der Kriechdehnung nach einer Kriechdauer von t = 180 s bei einer Temperatur von T₁ = 50 °C und einer Spannung von τ_1 = 100 Pa für alle Original- und gealterten Bindemittel mit einem Bestimmtheitsmaß von 88,318 % die folgende Gleichung:

Kriechdehnung nach einer Kriechdauer von t = 180 s (T₁ = 50 °C, τ_1 = 100 Pa) = 114,2942 • pen - 65,9353 • elRü + 1080,7669

(14)

mit pen : Nadelpenetration [1/10 mm] elRü : Elastische Rückstellung [%]

Aus der Tabelle 2.3.2.2.1 ist ersichtlich, dass die Ergebnisse für die Kriechdehnung nach einer Kriechdauer von t = 0,062 s für alle Originalbindemittel und gealterten Bindemittel, alle Originalbindemittel oder alle gealterten Bindemittel durch die angegebenen Regressionsgleichungen ähnlich gut beschrieben werden können.

Nach Betrachtung der Tabellen 2.3.2.2.2 und 2.3.2.2.3 kann festgestellt werden, dass die Ergebnisse für die Kriechdehnung nach einer Kriechdauer von t = 180 s und Kriechdehnung nach einer Kriecherholungsdauer von t = 600 s für jeweils alle Originalbindemittel mit den angegebenen Regressionsgleichungen im Mittel besser beschrieben werden können als die Ergebnisse dieser Merkmalsgrößen für alle Original - und gealterten Bindemittel bzw. alle gealterten Bindemittel.

Bei der Tabelle 2.3.2.2.4 fällt auf, dass die Anzahl an Ergebnissen der multiplen Regressionsanalysen, die Bestimmtheitsmaße von über 90 % ermittelten, im Vergleich zu den ersten drei Tabellen geringer ist. Außerdem kann man erkennen, dass die Merkmalsgröße Viskosität zum Teil mit mehr Einflussgrößen beschrieben werden muß als die anderen drei Merkmalsgrößen.

2.3.3 Zusammenfassende Auswertung der Oszillation und Kriechversuche

In den nächstfolgenden Abschnitten wird eine zusammenfassende Auswertung der Oszillations- und Kriechversuche vorgenommen. Dabei soll noch einmal zusammenfassend auf die qualitativen Zusammenhänge, die durch varianzanalytische Betrachtungen ermittelt worden sind und quantitative Zusammenhänge, die durch Regressionsanalysen berechnet worden sind, eingegangen werden.

2.3.3.1 Oszillationsversuche

Die Oszillationsversuche wurden an acht Original - und nach dem RTFOT-Verfahren gealterten Bindemittelsorten durchgeführt. Dabei sind die Deformation in drei Stufen, die Frequenz in drei Stufen und die Temperatur in vier Stufen systematisch variiert worden. Somit ergeben sich bei acht unterschiedlichen Bindemittelsorten im Original - und im gealterten Zustand insgesamt 576 verschiedene Varianten der Oszillationsversuche. Wegen der Wiederholungsprüfungen (n = 3) zur Erfassung des stochastischen Einflusses und zur Absicherung der Ergebnisse liegen somit der Auswertung insgesamt 1728 Oszillationsversuche zugrunde.

2.3.3.1.1 Varianzanalysen

Die Auswertung und Interpretation der Oszillationsversuche mittels multipler Varianzanalysen sind in den Abschnitten 2.3.1 bis 2.3.1.3.1 wiedergegeben.

Bei allen durchgeführten varianzanalytischen Betrachtungen zeigte sich, dass die Einflussgröße der Deformation bei den vorgegebenen Randbedingungen keinen Einfluss auf die Ermittlung der Merkmalsgrößen Phasenverschiebungswinkel δ und komplexer Schubmodul G* ausüben kann.

In einer vierfachen Varianzanalyse wurde untersucht, welchen Einfluss die Bindemittelsorte, die Temperatur T, die Frequenz und die Deformation auf die Ermittlung der Merkmalsgrößen ausüben können.

Demnach wird die Merkmalsgröße **Phasenverschiebungswinkel** δ **in erster Linie durch** die Wahl der **Bindemittelsorte** bestimmt. Für die Originalbindemittelsorten wie auch für die gealterten Bindemittelsorten wurden Varianzanteile von 66,0 bzw. 77,2 % berechnet.

Der **Einfluss der Prüftemperatur** ist ebenfalls für die Bestimmung des Phasenverschiebungswinkels δ wichtig. Die Temperatur geht bei den Originalbindemittelsorten mit einem Varianzanteil von 21,8 % ein, für die gealterten Bindemittelsorten wurde ein Varianzanteil von 19,1 % gefunden.

Aufgrund der Dominanz der Bindemittelsorte und der Temperatur wurden für **die Variation der Frequenz nur relativ kleine Varianzanteile** gefunden. Die Varianzanteile lagen bei 0,4 % für die Originalbindemittelsorten und 0,6 % für die gealterten Bindemittelsorten. Die Frequenz hat aber noch einen signifikanten Einfluss.

Die Ergebnisse für die Merkmalsgröße **komplexer Schubmodul G*** zeigen, dass die **Prüftemperatur einen starken signifikanten Einfluss** ausübt. Die Varianzanteile wurden sowohl für die Original - als auch für die gealterten Bindemittelsorten mit über 50 % ermittelt. Der **Einfluss der Bindemittelsorte ist zwar noch signifikant**, die Varianzanteile liegen jedoch bei 8,8 % bzw. 7,0 %. Die Frequenz, die **ebenfalls als signifikanter Einfluss** gewertet werden muss, weist Varianzanteile von 4,3 % auf. Auffallend ist noch, dass eine relativ starke Wechselwirkung zwischen der Bindemittelsorte und der Temperatur festzustellen ist. Hier wurden Varianzanteile von 20,9 % bzw. 18,9 % gefunden.

Aufgrund der starken Dominanz der Prüftemperatur wurden auch Varianzanalysen der dreifachen Klassifikation gerechnet mit den Einflussgrößen Bindemittelsorte, Frequenz und Deformation. Diese Ergebnisse wurden in Abhängigkeit der Prüftemperatur T weiter untersucht. Für die Merkmalsgröße Phasenverschiebungswinkel δ zeigt sich, dass die Bindemittelsorte sowohl bei den Original - als auch bei den gealterten Bindemittelsorten die dominante Einflussgröße ist. Dies verdeutlichen Varianzanteile von 88,5 % bis 98,9 %. Die Frequenz verliert aufgrund des dominanten Einflusses der Bindemittelsorte praktisch an Bedeutung. Hier wurden Varianzanteile von 0 bis 2,5 % ermittelt. Für die Merkmalsgröße komplexer Schubmodul G* gilt, dass die Bindemittelsorte den größten Einfluss besitzt. Dies gilt unabhängig von der Prüftemperatur T. Hier wurden

großten Einfluss besitzt. Dies gilt **unabhangig** von der **Pruttemperatur** 1. Hier wurden Varianzanteile in der Mehrzahl über 50 % gefunden. Festzustellen ist hier, dass auch die **Frequenz einen signifikanten Einfluss** auf die Ermittlung dieser Merkmalsgrößen ausübt. Die Varianzanteile schwanken etwas in Abhängigkeit von der Temperatur T, liegen zwischen 26,9 % und 34,2 %. Stark ausgeprägt ist auch die Wechselwirkung zwischen der Bindemittelsorte und der Frequenz. Hier wurden signifikante Varianzanteile um die 10 % gefunden.

Weiterhin wurde durch Varianzanalysen der dreifachen Klassifikation der Einfluss der Temperatur T, der Frequenz und der Deformation auf die Merkmalsgrößen G* und δ in Abhängigkeit der Bindemittelsorten untersucht. Hier stellte sich heraus, dass für die Merkmalsgrößen komplexer Schubmodul G* die Varianzanteile der Einflussgrößen etwa gleich hoch dargestellt werden können. Der größte Einfluss geht von der Wahl der Temperatur aus. Die Wahl der Frequenz spielt für alle Bindemittelsorten eine signifikante Rolle, die Varianzanteile sind jedoch deutlich geringer. Anders verhält es sich bei der Merkmalsgröße Phasenverschiebungswinkel δ . Hier konnten Unterschiede der Varianzanteile der Einflussgrößen in Abhängigkeit der Bindemittelsorte festgestellt werden. Auf die Ergebnisse, vgl. Abschnitt 2.3.1.1.3, soll an dieser Stelle nicht weiter eingegangen werden.

Um schließlich noch den starken Einfluss der Temperatur T zu eliminieren, wurde mit Hilfe von zweifachen Varianzanalysen nachgewiesen, dass der Einfluss der Frequenz auf die Bestimmung der Merkmalsgrößen in Abhängigkeit der Bindemittelsorte unterschiedlich ausfallen kann. Für die Bestimmung der Merkmalsgröße komplexer Schubmodul G* konnte sowohl bei den Original - wie auch an den gealterten Bindemittelsorten ein sehr starker Einfluss der Frequenz festgestellt werden.

Dass der Einfluss der Frequenz in Abhängigkeit der untersuchten Bindemittelsorten sehr unterschiedlich ausfallen kann, zeigen die Ergebnisse für die Merkmalsgröße Phasenverschiebungswinkel δ . Eine Systematik konnte hier nicht abgeleitet werden.

2.3.3.1.2 Regressionsanalysen

Isochronendarstellung

Mit Hilfe von Isochronendarstellungen, vgl. Abschnitt 2.3.2.1.1.1, konnte nachgewiesen werden, dass die rheologische Kenngröße / Merkmalsgröße G* in Abhängigkeit von der Temperatur T bei jeweils konstanter Frequenz durch Exponentialfunktionen mit sehr hohem Bestimmtheitsmaß mathematisch beschrieben werden kann.

Für die rheologische Kenngröße **komplexer Schubmodul G*** konnte gezeigt werden, dass **mit zunehmender Temperatur T sowohl bei den gealterten Proben als auch bei den Originalproben und bei** allen Frequenzstufen die vorher genannte Merkmalsgröße von ihrem Wert her stark **abnimmt**.

Des weiteren konnte herausgearbeitet werden, dass **mit zunehmender Frequenz** die Werte der Merkmalsgröße **G* größer werden**. Dieser Zusammenhang wurde sowohl an den Original - als auch an den gealterten Bindemittelsorten bestätigt. **In der Mehrzahl der Fälle sind die Werte von G* bei den gealterten Proben größer als bei den nicht gealterten Proben**. Lediglich die Bindemittelsorten PmB H Hersteller 4, PmB 25 A Hersteller 3 und PmB 45 A Hersteller 1 weichen von dieser Systematik ab. Hier liegen die ermittelten Werte für G* im gealterten und nicht gealterten thermischen Beanspruchungszustand der Proben praktisch auf gleichem oder nur geringfügig höherem Niveau.

Der Einfluss der Temperatur T und der Frequenz auf die Werte der Merkmalsgröße Phasenverschiebungswinkel δ kann durch einen polynomischen bzw. linearen Ansatz mit einem hohen Bestimmtheitsmaß beschrieben werden. Dieses gilt sowohl für die Original - als auch für die gealterten Bindemittelsorten. Im Allgemeinen steigen die ermittelten Werte der Phasenverschiebungswinkel δ für alle Bindemittelsorten bei den Originalbindemittelproben und gealterten Proben mit zunehmender Temperatur T bei sonst gleichen Prüfbedingungen an. Die Bindemittelsorte 70/100 Hersteller 1 und die Bindemittelsorte PmB H Hersteller 4 bilden hierbei die Ausnahme.

Weiterhin konnte festgestellt werden, dass die **Werte der Phasenverschiebungswinkel** δ bei allen Bindemittelsorten, bis auf zwei Ausnahmen, im **nicht gealterten thermischen Beanspruchungszustand** der Proben, unabhängig von der Wahl der Frequenz größer sind als die Werte der Proben im gealterten thermischen Beanspruchungszustand. Die Bindemittelsorte PmB H Hersteller 4 sowie die Bindemittelsorte 30/45 Hersteller 1 weichen von der oben angesprochenen Charakteristik ab.

Anhand der Abbildungen 2.3.2.1.17 bis 2.3.2.1.28 kann leicht erkannt werden, dass die Werte der rheologischen Kenngrößen Phasenverschiebungswinkel δ und komplexer Schubmodul G* der unterschiedlichen im Forschungsvorhaben eingesetzten Bindemittelsorten bei jeweils konstanten Frequenzen und gleichen thermischen Beanspruchungszuständen sehr gut miteinander verglichen werden können. Hier wird deutlich, dass die eingesetzten Bindemittelsorten ein recht unterschiedliches rheologisches Stoffverhalten zeigen. Im Kapitel 3. "Festlegung der Rahmenbedingungen für die Durchführung und Ausführung von Oszillations - und Kriechversuchen" wird noch näher auf diesen Sachverhalt eingegangen werden.

Isothermendarstellung

Anhand der Isothermendarstellungen konnte für die rheologische Kenngröße komplexer Schubmodul G* gezeigt werden, dass sowohl bei den nicht gealterten Proben als auch bei den gealterten Proben die festgestellten Werte für G* mit zunehmender Frequenz bei allen Temperaturstufen und sonst gleichen Prüfbedingungen ansteigen. Der mathematische Zusammenhang kann durch polynomische Ansätze bzw. lineare Ansätze sehr gut beschrieben werden. Die Bestimmtheitsmaße wurden zu größer 98 % errechnet. Weiterhin kann konstatiert werden, dass in der Mehrzahl der Fälle die Werte von G* der gealterten Bindemittel bei sonst gleichen Prüfbedingungen größer sind als bei den nicht gealterten Bindemittelsorten.

Lediglich für die Bindemittelsorten PmB 45 A Hersteller 1, PmB H Hersteller 4 und PmB 25 A Hersteller 3 liegen die Werte im nicht gealterten thermischen Beanspruchungszustand auf nahezu dem gleichen Niveau wie die Werte die im gealterten Beanspruchungszustand der Proben ermittelt worden sind.

Für den **Einfluss der Frequenz** auf die Werte der Merkmalsgröße **Phasenverschiebungswinkel** δ kann durch die Isothermendarstellung **kein allgemein gültiger Zusammenhang** hergestellt werden. Die ermittelten Werte des Phasenverschiebungswinkels δ steigen, fallen oder liegen auf nahezu gleichem Niveau bei sonst konstanten Prüfbedingungen mit zunehmender Frequenz. Dieses gilt für alle Bindemittelsorten. Der mathematische Zusammenhang kann über polynomische Regressionsansätze beschrieben werden. Die ermittelten Bestimmtheitsmaße liegen in einer Größenordnung zwischen R² = 98,2 und R² = 100 %.

Die ermittelten Werte des Phasenverschiebungswinkels δ nehmen im gesamten Frequenzbereich bei allen Bindemittelsorten im nicht gealterten thermischen Beanspruchungszustand bei sonst gleichen Prüfbedingungen mit zunehmender Temperatur T ab. Eine Ausnahme ist zu nennen. Dieses ist die Bindemittelsorte PmB H Hersteller 4. Hier ist der festgestellte Wert des Phasenverschiebungswinkel δ bei einer Temperatur von T₄ = 80 °C und einer Frequenz von f₁ = 1,59 Hz kleiner als der Wert, der bei einer Temperaturstufe von T₃ = 70 °C und einer Frequenz von f₁ = 1,59 Hz ermittelt worden ist.

Multiple lineare Regressionsanalysen

Über multiple iterative lineare Regressionsanalysen wurden die quantitativen Zusammenhänge zwischen den rheologischen Merkmalsgrößen Phasenverschiebungswinkel δ und komplexer Schubmodul G* als Zielgrößen und konventionelle Bindemittelkenndaten, wie Erweichungspunkt Ring und Kugel, Nadelpenetration, Brechpunkt nach Fraaß, maximale Formänderungsarbeit und elastische Rückstellung als Einflussgrößen systematisch herausgearbeitet.

Bei der Durchführung der multiplen linearen Regressionsanalysen konnte festgestellt werden, dass für die Merkmalsgröße Phasenverschiebungswinkel δ ein mathematischer Zusammenhang zwischen der Merkmalsgröße und den Zielgrößen hergestellt werden konnte, bei denen das Bestimmtheitsmaß R² > 90 % lag.

Es konnte gezeigt werden, dass der Phasenverschiebungswinkel δ in Abhängigkeit von der Temperatur T bzw. von der Frequenzstufe f und der Temperatur T sowohl für die Original - als auch für die gealterten Bindemittelsorten sich sehr gut über die Merkmalsgrößen beschreiben lässt (vgl. Tabelle 2.3.2.1.1 bis Tabelle 2.3.2.1.4). Die errechneten Bestimmtheitsmaße lagen in der Mehrzahl der Fälle bei R² > 95 %. Aus diesen Tabellen kann abgelesen werden, dass es bei einigen Parametervariationen ausreicht, den Phasenverschiebungswinkel δ mit Hilfe des Erweichungspunktes Ring und Kugel und der elastischen Rückstellung zu beschreiben. In mehreren Fällen musste für die Beschreibung des Phasenverschiebungswinkels δ auch noch der Brechpunkt nach Fraaß und auch die Nadelpenetration berücksichtigt werden. Der Einfluss der maximalen Formänderungsarbeit hat bei den meisten multiplen Regressionsanalysen keinen signifikanten Einfluss auf die Bestimmung des Phasenverschiebungswinkel δ .

Aufgrund der Vorzeichen vor den Regressionskoeffizienten kann abgeleitet werden, dass der Phasenverschiebungswinkel δ mit abnehmenden Werten des Erweichungspunktes Ring und Kugel, mit größeren Werten für die Nadelpenetration, mit größeren Werten für den Brechpunkt nach Fraaß, mit höheren Werten für die maximale Formänderungsarbeit und abnehmenden Werten für die elastische Rückstelllung größer wird.

2.3.3.2 Kriechversuche

Die Kriechversuche wurden bei den Temperaturen von $T_1 = 50$ °C, $T_2 = 60$ °C und $T_3 = 70$ °C und den Schubspannungen von $\tau_1 = 100$ Pa, $\tau_2 = 500$ Pa, $\tau_3 = 1000$ Pa an den acht Original - und nach dem RTFOT-Verfahren gealterten Bindemittelsorten durchgeführt. Somit ergeben sich bei den acht unterschiedlichen Bindemittelsorten im Original - und im gealterten Zustand insgesamt 144 verschiedene Varianten der Kriechversuche. Aufgrund der Wiederholungsprüfung (n = 3) wurden folglich 432 Kriechversuche durchgeführt und ausgewertet.

2.3.3.2.1 Varianzanalysen

Die ausführliche Auswertung und Interpretation der Kriechversuche mittels multipler Varianzanalysen sind in den Abschnitten 2.3.1.4 bis 2.3.1.4.3 wiedergegeben. Zunächst wurde über eine vierfache Varianzanalyse untersucht, welchen Einfluss die Alterung, die Bindemittelsorte, die Schubspannung und die Prüftemperatur auf die Merkmalsgrößen Kriechdehnung bei t = 0,062 s, t = 180 s, nach einer Kriecherholungsdauer von t = 600 s und der Viskosität ausüben können.

Hier zeigte sich für die Kriechdehnung, dass die Haupteffekte aber auch deren Wechselwirkungen einen signifikanten Einfluss auf die Bestimmung der Kriechdehnungen ausüben. Anders als bei den Oszillationsversuchen spielen bei Kriechversuchen auch die Wechselwirkungen der Haupteffekte eine signifikante Rolle. Erfreulich ist, dass für den Einfluss des Versuchsfehlers Varianzanteile von nur 1,4 % bis 1,9 % gefunden wurden.

Die Merkmalsgröße Viskosität ist ebenfalls stark abhängig von den Haupteffekten und deren Wechselwirkungen. Bei den Haupteffekten nimmt die Variabilität der Temperatur T mit einem Varianzanteil von 26,5 % die führende Position ein. Der zweitstärkste Einfluss wurde für die Bindemittelsorte mit einem Varianzanteil von 5,1 % gefunden. Auch die Alterung hat einen Einfluss. Hier beträgt der Varianzanteil 2,7 %. Der errechnete Restfehler, der zufälligen Einflüsse, liegt bei 3,1 % und bestätigt einmal mehr die Dominanz der systematischen gegenüber den zufälligen Einflüssen.

Über dreifache Varianzanalysen wurde untersucht, inwieweit die Merkmalsgrößen Kriechdehnung und Viskosität durch die Variabilität der Alterung, der Bindemittelsorte und der Schubspannung in Abhängigkeit der gewählten Prüftemperatur T beeinflusst werden können. Hier zeigte sich, dass unabhängig von der Prüftemperatur T die Variation der Schubspannung den stärksten Einfluss auf die Ermittlung der Kriechdehnung nach 0,062 s ausübt. Der zweitgrößte Einfluss wird über die Bindemittelsorte beschrieben. Anders verhält es sich für die Merkmalsgröße Kriechdehnung nach t = 180 s. Hier kann festgehalten werden, dass der dominante Einfluss aus der Variation der Schubspannung aus, wobei eine tendenzielle Zunahme dieses Einflusses mit zunehmender Temperatur T zu verzeichnen ist. Der Einfluss der Alterung ist im Gegensatz zu den zwei vorher genannten Einflussgrößen als eher gering zu bezeichnen. Auch hier kann festgestellt werden, dass mit zunehmender Temperatur T der Einfluss der Alterung ist im Cegensatz zu den zwei vorher genannten Einflussgrößen als eher gering zu bezeichnen.

Für die Bestimmung der Viskosität gilt, dass die Bindemittelsorte den dominanten Einfluss ausübt. Hier wurden Varianzanteile von 38,2 % bis 42 % gefunden. Anders als bei den vorherigen Merkmalsgrößen der Kriechdehnungen kommt der Variation der Alterung der zweitstärkste Einfluss zu. Hier liegen die Varianzanteile zwischen 15,9 % bis 22 %, wobei der Einfluss der Alterung mit zunehmender Prüftemperatur T ansteigt. Die Variation der Schubspannung hat für die Bestimmung der Viskosität praktisch keinen Einfluss. Der sich in den Restfehlern manifestierende stochastische Einfluss liegt insgesamt zwischen 1,2 % und 7,9 % und bestätigt einmal mehr die Dominanz der systematischen gegenüber den zufälligen Einflüssen.

Den Abschluss der varianzanalytischen Betrachtungen bildet die Varianzanalyse der zweifachen Klassifikation. Hier wurde der Einfluss der Schubspannung und der Temperatur T in Anhängigkeit der acht Original- und gealterten Bindemittelsorten für die Merkmalsgrößen der Kriechdehnungen und Viskosität untersucht. Es konnte nachgewiesen werden, dass die Bindemittelsorten unterschiedlich stark auf Temperaturänderungen reagieren. Dabei zeigte das Bitumen PmB H Hersteller 4 ein weniger empfindliches Verhalten. Am stärksten ausgeprägt ist die Temperaturabhängigkeit bei der Bindemittelsorte 70/100. Diese festgestellte Charakteristik ist bei den gealterten Bindemittelsorten nicht mehr so stark ausgeprägt.

Für die nicht thermisch beanspruchten Bindemittelsorten zeigte sich, dass der Einfluss der Schubspannung τ am stärksten bei der Merkmalsgröße Kriechdehnung bei einer Zeit von t = 0,062 s ausgeprägt ist. Weniger stark wirkt sich die Schubspannung τ für die Bestimmung der Kriechdehnung bei t = 180 s bzw. Kriechdehnung nach einer Kriecherholung von t = 600 s aus. Gleiche Systematik lässt sich auch für die gealterten Bindemittelsorten ableiten. Das bedeutet auch, dass der Einfluss der Schubspannung τ auf die ermittelten Kenngrößen der Kriechdehnungen durch die Alterung nicht wesentlich beeinflusst wird.

Der Einfluss der Temperatur T und der Schubspannung τ auf die Bestimmung der Viskosität der acht Original - und gealterten Bindemittelsorten lässt sich wie folgt zusammenfassen.

Die Variation der Schubspannung τ spielt für die Ermittlung der Viskosität praktisch keine Rolle. Dagegen übt die Prüftemperatur T einen sehr dominanten Einfluss auf die Bestimmung der Viskosität aus, wobei dieser Einfluss noch in der Mehrzahl der Fälle tendenziell nach der Alterung verstärkt wird.

2.3.3.2.2 Regressionsanalysen

Es konnte gezeigt werden, dass die **gemessenen Dehnungen** in **Abhängigkeit von der Versuchszeit t** bis **zum Ende der Belastungsphase** sehr gut mit Hilfe von **einfach lineareren Regressionsgeraden** beschrieben werden können. Hier wurden sehr hohe Bestimmtheitsmaße R² errechnet, wobei aufgrund der linearen Funktion die viskoselastischen Anteile im ersten Teil der Belastungsphase durch einen linearen Ansatz praktisch nicht berücksichtigt werden können.

Kurven gleicher Schubspannungsstufen τ

Weiterhin wurde der Einfluss der Temperatur T getrennt für die gewählten Schubspannungsstufen auf die Merkmalsgrößen Kriechdehnung und Viskosität untersucht. Demnach zeigt sich für die **Kriechdehnungen**, dass mit **zunehmender Temperatur** T die Werte der **Kriechdehnungen** für alle Bindemittelsorten **ansteigen**. Dieses gilt sowohl im gealterten als auch im nicht gealterten thermischen Beanspruchungszustand der Proben.

Die Kurvenverläufe können bei allen Bindemittelsorten durch **exponentielle Regressionsansätze** mit Bestimmtheitsmaßen zwischen $R^2 = 0.9757$ und $R^2 = 1.0$ beschrieben werden.

Ebenso konnte festgestellt werden, dass bei jeweils konstanter Temperatur T mit zunehmender Schubspannung τ die Werte der Kriechdehnungen größer werden.

Bei vergleichbaren Prüfbedingungen gilt für alle Bindemittesorten, dass die festgestellten Werte der Kriechdehnungen im nicht gealterten thermischen Beanspruchungszustand größer sind als im gealterten thermischen Beanspruchungszustand.

Aus den Regressionen konnte für die Merkmalsgröße **Viskosität** abgeleitet werden, dass für alle Bindemittelsorten **im nicht gealterten als auch im gealterten** thermischen Beanspruchungszustand der Proben die Viskosität **stetig abnimmt** und das mit **zunehmender Temperatur T.**

Dieser Zusammenhang zwischen der Temperatur T und der Viskosität lässt sich mit Hilfe von **exponentiellen Funktionen** sehr gut beschreiben. Die Bestimmtheitsmaße liegen zwischen $R^2 = 0.9668$ und $R^2 = 1.0$.

Unabhängig von der Schubspannung τ und der jeweils **gewählten Temperatur T liegen** die festgestellten Werte der **Viskosität** im **gealterten thermischen** Beanspruchungszustand **auf höherem Niveau als im nicht gealterten** thermischen Beanspruchungszustand. Eine Ausnahme - die Bindemittelsorte PmB H Hersteller 4 - muss an dieser Stelle genannt werden.

Isothermen

Des weiteren wurde der Einfluss von Spannung τ und Temperatur T auf die Merkmalsgrößen der Kriechdehnungen für alle Original - und gealterten Bindemittelsorten untersucht. Es ergab sich, dass für alle Original - und gealterten Bindemittelsorten mit zunehmender Schubspannung τ bei sonst gleichen Prüfbedingungen die festgestellten Werte der Kriechdehnung stetig ansteigen.

Dabei ließ sich dieser mathematische Zusammenhang mit Hilfe **einfacher linearer Re**gressionen sehr gut beschreiben.

Die ermittelten Werte der Kriechdehnungen steigen mit zunehmender Temperatur T deutlich an. Dieses gilt sowohl für die Original - als auch für die gealterten Bindemittelsorten.

Die **berechnete Steigung** aus den Regressionsgeraden nimmt bei allen Bindemittelsorten sowohl im nicht gealterten als auch im gealterten thermischen Beanspruchungszustand **mit zunehmender Temperatur T** und vergleichbaren Prüfbedingungen **zu**.

Die festgestellten Werte der Kriechdehnungen sind bei konstanter Temperaturstufe T und sonst gleichen Prüfbedingungen bei allen Bindemittelsorten im nicht gealterten thermischen Beanspruchungszustand größer als im gealterten thermischen Beanspruchungszustand.

Für die Merkmalsgröße Viskosität konnte festgestellt werden, dass unabhängig von der Art des thermischen Beanspruchungszustandes der Proben bei allen Bindemittelsorten und vergleichbaren Prüfbedingungen die ermittelten Werte für die Viskosität mit zunehmender Temperatur T geringer werden.

Im gealterten thermischen Beanspruchungszustand liegen die Werte der Viskosität auf einem höheren Niveau als bei den nicht gealterten Bindemittelsorten. Hierbei konnte eine Ausnahme festgestellt werden. Die Bindemittelsorte PmB H Hersteller 4 zeigt bei einer Temperatur von $T_2 = 60$ °C diese Systematik nicht.

Bei den Temperaturen von $T_2 = 60$ °C und $T_3 = 70$ °C zeigte sich, dass die Viskosität nicht auf Schubspannungsänderungen reagiert. Ausnahmen zeigen die Bindemittelsorten PmB H Hersteller 4 und PmB 25 A Hersteller 3. Diese Charakteristik lässt sich für die o.g. Bindemittel erst bei einer Temperatur von $T_3 = 70$ °C konstatieren.

Durch Rechnen **multipler linearer Regressionsanalysen** für die Merkmalsgrößen der **Kriechdehnungen** in **Abhängigkeit von der Temperatur T** bzw. **von den Schubspannungsstufen** τ **und der Temperatur T** konnte nachgewiesen werden, dass in der **Mehrzahl der Fälle** die Kenntnis der Werte der **Nadelpenetration** und die **der elastischen Rückstellung** ausreichen, um die **Kriechdehnungen mathematisch** zu beschreiben. Dieses verdeutlichen die zum Teil sehr hohen gefundenen Bestimmtheitsmaße.

Ein linearer Zusammenhang zwischen den Einflussgrößen und der Merkmalsgröße Viskosität konnte nur für die gealterten Bindemittel und bei einer Temperatur von T₁ = 50 °C ermittelt werden. Bei dieser Temperatur sind unabhängig von der gewählten Schubspannung τ mindestens vier Einflussgrößen nötig, um einen linearen mathematischen Zusammenhang zu beschreiben (vgl. Tabelle 2.3.2.2.4). Der Brechpunkt nach Fraaß, die maximale Formänderungsarbeit, die elastische Rückstellung sind dabei die Einflussgrößen, die immer benötigt werden, um den mathematischen Zusammenhang zu beschreiben. Bei den Schubspannungsstufen 100 Pa und 1000 Pa wird noch der Erweichungspunkt Ring und Kugel zusätzlich benötigt. Bei einer Schubspannung von 500 Pa kann auf die Kenntnis des Erweichungspunktes Ring und Kugel zugunsten der Nadelpenetration verzichtet werden.

3. Festlegung der Rahmenbedingungen für die Durchführung und Auswertung von Oszillations - und Kriechversuchen

In diesem Abschnitt sollen die Rahmenbedingungen für die Durchführung und Auswertung von Oszillations - und Kriechversuchen aus den vorher vorgestellten Ergebnisse abgeleitet werden. Dieses soll zunächst für die Oszillationsversuche (vgl. Abschnitt 3.1) und später für die Kriechversuche (vgl. Abschnitt 3.2) vorgestellt werden.

3.1 Oszillationsversuche

Bei der optimalen Parameterkombination der Versuchsbedingungen sollten einerseits die Ergebnisse der jeweiligen Einzelversuche möglichst wenig streuen und andererseits sollten die Ergebnisse für die einzelnen betrachteten Bindemittelsorten möglichst stark voneinander differieren, damit Unterschiede im rheologischen Materialverhalten der Bindemittelsorten herausgearbeitet werden können.

Daher werden im nächsten Schritt Summen von Variationskoeffizienten der einzelnen Parameterkombinationen betrachtet, um die Streuung der Messergebnisse der Einzelversuche veranschaulichen und auswerten zu können.

Anschließend soll mit Hilfe von BLACK - Diagrammen die Spreizung der Ergebnisse bezüglich der unterschiedlichen Bindemittelsorten in Abhängigkeit von den betrachteten Parameterkombinationen dargestellt und beurteilt werden.

3.1.1 Betrachtung der Variationskoeffizienten

Der nachfolgenden Tabelle 3.1.1.1 können die Bezeichnungen der Parameterkombinationen für die Oszillationsversuche in Abhängigkeit von den Versuchsbedingungen Temperatur und Frequenz bei einer Deformation von 6 % entnommen werden. Mit Hilfe dieser Tabelle werden die Erläuterungen in den nachfolgenden Abbildungen und der Text in diesem Abschnitt verständlich.

Bezeichnung der Parameterkombination	Versuchsbedingungen			
	Temperatur [°C]	Frequenz [Hz]		
A13	50	1,59		
A17	50	4		
A21	50	6		
B14	60	1,59		
B18	60	4		
B22	60	6		
C15	70	1,59		
C19	70	4		
C23	70	6		
D16	80	1,59		
D20	80	4		
D24	80	6		

Tabelle 3.1.1.1:Bezeichnung der Parameterkombination für die Oszilla-
tionsversuche in Abhängigkeit von den Versuchsbedingungen
Temperatur und Frequenz bei einer Deformation von 6 %.

Bei den anschließenden Betrachtungen sind nur die Variationskoeffizienten der Oszillationsversuche bei einer Deformationsstufe von 6 % berücksichtigt worden. Die Begründung wurde bereits im Abschnitt 2.3.2 genannt (die Einflussgröße Deformation hat keinen Einfluss auf die rheologischen Kenngrößen der Oszillationsversuche).

Für die Merkmalsgrößen Phasenverschiebungswinkel δ und komplexer Schubmodul G^{*} wurden zunächst die berechneten Variationskoeffizienten in Abhängigkeit von der Bindemittelsorte für jede Parameterkombination aufsummiert. Dieses Prozedere wurde getrennt für die Original - und die gealterten Bindemittelsorten bei einer Deformation von 6 % durchgeführt. In den nachfolgenden Abschnitten werden die Ergebnisse dieser Zusammenstellung für die Originalbindemittel im Unterabschnitt a) und für die RTFOT- gealterten Bindemittel im Unterabschnitt b) wiedergegeben.

a) Originalbindemittel

In der folgenden Tabelle 3.1.1.2 sind die Summen der Variationskoeffizienten für die rheologische Kenngröße komplexer Schubmodul G* der einzelnen Parameterkombinationen aller Originalbindemittel angegeben und der Größe nach, beginnend mit dem kleinsten Wert, geordnet. Nimmt der Wert der Summe der Variationskoeffizienten der Parameterkombinationen zu, so bedeutet dies, dass die Streuungen der Einzelversuche bei der jeweils betrachteten Parameterkombination ansteigen.

Die nun folgende Tabelle 3.1.1.2 kann als eine Rangliste aufgefasst werden. Die Werte des komplexen Schubmoduls G* der an der ersten Stelle genannten Parameterkombination streuen am wenigsten, die Werte des komplexen Schubmoduls G* der an der zwölften Stelle genannten Parameterkombination streuen am stärksten.

Platzierung	Parameterkombination	Summe der Variationskoeffizienten [%]
1.	B 14	31,86
2.	C 15	40,21
3.	A 13	41,21
4.	D 16	45,42
5.	D 24	48,1
6.	A 21	50,42
7.	B 22	54,12
8.	A 17	54,21
9.	C 23	55,05
10.	D 20	57,75
11.	C 19	59,36
12.	B 18	61,17

Tabelle 3.1.1.2: Rangliste der Summen der Variationskoeffizienten für G* in Abhängigkeit der Parameterkombination für die Originalbindemittel

Für die Merkmalsgröße Phasenverschiebungswinkel δ sind in analoger Weise wie für die Merkmalsgröße komplexer Schubmodul G* Summen von Variationskoeffizienten aus den Werten für alle Originalbindemittel in Abhängigkeit von den Parameterkombinationen der Versuchsbedingungen errechnet, aufgelistet und ausgewertet worden.

Aus der Tabelle 3.1.1.3 kann die Merkmalsgröße Phasenverschiebungswinkel δ für alle Originalbindemittel eine Rangliste abgelesen werden.

Platzierung	Parameterkombination	Summe der
1.	C 23	3,24
2.	B 14	3,53
3.	C 15	3,8
4.	B 18	4,42
5.	D 24	4,62
6.	B 22	4,69
7.	D 20	4,78
8.	C 19	5,08
9.	A 13	5,48
10.	A 17	8,8
11.	D 16	10,95
12.	A 21	14,74

Tabelle 3.1.1.3: Rangliste der Summen der Variationskoeffizienten für δ in Abhängigkeit der Parameterkombination für die Originalbindemittel

In der Abbildung 3.1.1 sind die soeben genannten Summen der Variationskoeffizienten der verschiedenen Parameterkombinationen aller Originalbindemittel für die Merkmalsgrößen komplexer Schubmodul G* und Phasenverschiebungswinkel δ bei einer Deformation von 6 % grafisch dargestellt.



Parameterkombinationen bei einer Deformation von 6 % für alle Originalbindemittel



Aus der Abbildung 3.1.1.1 kann Folgendes abgelesen werden:

Die Summe der Variationskoeffizienten der verschiedenen Parameterkombinationen aller Originalbindemittel liegen für die Merkmalsgröße komplexer Schubmodul G* bei einer Deformation von 6 % jeweils auf deutlich höherem Niveau als die entsprechenden Werte für die Merkmalsgröße Phasenverschiebungswinkel δ . Aus diesem Grund ist der rheologischen Kenngröße komplexer Schubmodul G* hinsichtlich der Streuung von Messdaten größere Beachtung zu schenken, als den Ergebnissen der rheologischen Kenngröße des Phasenverschiebungswinkels δ .

Bei der Betrachtung der Summen der Variationskoeffizienten verschiedener Parameterkombinationen aller Originalbindemittel fällt für die Merkmalsgröße komplexer Schubmodul G* auf, das bei allen Temperaturstufen die geringsten Summen der Variationskoeffizienten jeweils bei der niedrigsten Frequenz errechnet worden sind. Das bedeutet, dass die Werte des komplexen Schubmoduls G* bei jeweils konstanter Temperatur T bei den geringsten Frequenzen von $f_1 = 1,59$ Hz am wenigsten streuen.

Summen der Variationskoeffizienten der Parameterkombinationen für die Merkmalsgrößen Speichermodul G', Verlustmodul G'' und Viskosität η^* wurden hier nicht weiter betrachtet, da diese sich praktisch nicht von den Summen der Variationskoeffizienten der Merkmalsgröße G* unterscheiden.

Werden die Summen der Variationskoeffizienten verschiedener Parameterkombinationen für die Merkmalsgröße komplexer Schubmodul G* miteinander verglichen und wird festgestellt, dass die Werte auf gleichem Niveau liegen, sind bezüglich der weiteren Beurteilung der Streuungen der Messwerte auch die Summen der Variationskoeffizienten für die Merkmalsgröße Phasenverschiebungswinkel δ maßgebend. Hierzu später mehr, vgl. Abschnitt 3.1.3.

b) RTFOT- gealterte Bindemittel

In der Tabelle 3.1.1.4 ist für die Merkmalsgröße komplexer Schubmodul G* der gealterten Bindemittelsorten eine Reihenfolge der Parameterkombinationen bezüglich der Summe der Variationskoeffizienten wiedergegeben.

Platzierung	Parameterkombination	Summe der
		Variationskoeffizienten [%]
1.	D 20	28,18
2.	D 24	34,12
3.	D 16	34,32
4.	B 22	36,43
5.	C 19	37,64
6.	C 23	39,72
7.	A 21	41,46
8.	A 13	42,63
9.	B 18	49,21
10.	B 14	55,41
11.	C 15	62,89
12.	A 17	65,42

Tabelle 3.1.1.4: Rangliste der Summe der Variationskoeffizienten für G* in Abhängigkeit der Parameterkombination für die gealterten Bindemittel

Das entsprechende Ranking für die Merkmalsgröße des Phasenverschiebungswinkels δ nach Alterung kann der Tabelle 3.1.1.5 entnommen werden.

Platzierung	Parameterkombination	Summe der
		Variationskoeffizienten [%]
1.	D 20	2,14
2.	C 23	2,47
3.	C 19	2,48
4.	B 22	2,59
5.	D 16	3,53
6.	D 24	4,1
7.	B 18	4,35
8.	C 15	4,41
9.	A 13	4,5
10.	A 21	4,56
11.	B 14	4,94
12.	A 17	6,27

Tabelle 3.1.1.5: Rangliste der Summe der Variationskoeffizienten für δ in Abhängigkeit der Parameterkombination für die gealterten Bindemittel

In der folgenden Abbildung 3.1.1.3 sind die Summen der Variationskoeffizienten der verschiedenen Parameterkombinationen aller RTFOT-gealterten Bindemittelsorten für die Merkmalsgrößen δ und G* wiedergegeben.



Parameterkombinationen bei einer Deformation von 6 % für alle RTFOT-gealterten Bindemittel

Abbildung 3.1.1.3: Summe der Variationskoeffizienten verschiedener Parameterkombinationen aller RTFOT- gealterten Bindemittel für die Merkmalsgrößen komplexer Schubmodul und Phasenverschiebungswinkel δ bei einer Deformation von 6 %.

Aus der Abbildung 3.1.1.3 geht Folgendes hervor:

Ähnlich wie bei den Originalbindemittelsorten zeigt sich auch hier, dass die Summe der Variationskoeffizienten für die Merkmalsgröße G* auf einem deutlich höheren Niveau liegen als die Summe der Variationskoeffizienten für die Merkmalsgröße δ .

Durch die alleinige Betrachtung der Summen von Variationskoeffizienten können die Versuchsparameter für den Oszillationsversuch noch nicht festgelegt werden. In weiterführenden Auswertungen muss daher untersucht werden, bei welcher Parameterkombination die festgestellten Werte der rheologischen Kenngrößen für die untersuchten Bindemittelsorten am stärksten voneinander differieren, so dass Unterschiede im rheologischen Materialverhalten der Bindemittelsorten sicher erkannt werden können.

Mit Hilfe von BLACK - Diagrammen soll im nächsten Abschnitt die Spreizung der Werte der rheologischen Kenngrößen komplexer Schubmodul G* und Phasenverschiebungswinkel δ für die verschiedenen Bindemittelsorten und Parameterkombinationen veranschaulicht werden.

3.1.2 BLACK - Diagramme

Werden die an einem Bindemittel durch einen Frequenz - oder Temperatursweep bestimmten Kennwerte komplexer Schubmodul G^{*} und Phasenverschiebungswinkel δ in einem x - y - Koordinatensystem dargestellt, so erhält man ein von Temperatur T und Frequenz f unabhängiges BLACK - Diagramm.

Die Auswertung bzw. Beurteilung der Daten mit Hilfe von BLACK - Diagrammen soll zunächst für die Originalbindemittel und anschließend für die RTFOT- gealterten Bindemittel durchgeführt werden.

a) Originalbindemittel

In der Abbildung 3.1.2.1 (S. 172) sind die Werte des komplexen Schubmoduls G* in Abhängigkeit von den festgestellten Werten des Phasenverschiebungswinkels δ für alle Originalbindemittel in Form eines BLACK - Diagramms dargestellt. Wie nach der Betrachtung der Grafik zu erkennen ist, sind mit Hilfe dieser Darstellungsform, Unterschiede im rheologischen Stoffverhalten - besonders zwischen polymermodifizierten Bitumen und Straßenbaubitumen - deutlich zu erkennen.

Aus der Abbildung 3.1.2.1 kann abgelesen werden, dass für die acht untersuchten Bindemittelsorten mit zunehmendem Phasenverschiebungswinkel δ der zugehörige komplexe Schubmodul G* sinkt. Die Werte des Phasenverschiebungswinkels δ sind bei der Betrachtung gleich großer Werte für den komplexen Schubmodul für das Straßenbaubitumen 70/100 in der Regel am größten, für das Straßenbaubitumen der Sorte 30/45 größer als die Werte des polymermodifizierten Bindemittels der Sorte PmB 45 A Hersteller 1. Der Wert des Phasenverschiebungswinkels δ des PmB 45 A des Herstellers 1 ist bei gleicher Betrachtung wiederum höher als die vergleichbaren Werte des Phasenverschiebungswinkels δ der anderen polymermodifizierten Bindemittel.

Das Straßenbaubitumen der Sorte **30/45** und das polymermodifizierte Bitumen der Sorte **PmB 45 A Hersteller 1** zeichnen sich im **Gegensatz zu dem** Straßenbaubitumen der Sorte **70/100** dadurch aus, dass zum Teil **deutlich höhere Messwerte für den komplexen Schubmodul G*** ermittelt worden sind.

Aber auch bei den anderen polymermodifizierten Bindemitteln der Sorten PmB 45 A, PmB H, PmB 25 A (alle Hersteller 2), PmB H Hersteller 4 und PmB 25 A Hersteller 3 sind durch diese gewählte Darstellung Unterschiede im rheologischen Stoffverhalten zu erkennen. Die Werte der beiden betrachteten polymermodifizierten Bindemittel der Sorten PmB 45 A Hersteller 2 und PmB H Hersteller 4 liegen zwar ungefähr im gleichen Datenbereich; jedoch kann festgestellt werden, dass die ermittelten Daten des PmB H Hersteller 4 mehr streuen als die entsprechenden Werte des PmB 45 A Hersteller 2.

Die Bindemittelsorte PmB 25 A Hersteller 2 weist zum Teil bei konstantem Phasenverschiebungswinkel δ im Vergleich zu den beiden vorher betrachteten polymermodifizierten Bindemitteln höhere Werte für den komplexen Schubmodul G^{*} auf.

Die höchsten Werte für den komplexen Schubmodul G* konnten für das Bindemittel der Sorte PmB 25 A Hersteller 3 festgestellt werden.



Abbildung 3.1.2.1: Darstellung des komplexen Schubmoduls G* in Abhängigkeit vom Phasenverschiebungswinkel δ für alle Originalbindemittel (BLACK - Diagramm)

Aus der Betrachtung der Abbildung 3.1.2.1 kann außerdem abgelesen werden, dass die Werte der rheologischen Kenngrößen des Phasenverschiebungswinkels δ und des komplexen Schubmoduls G*, die für die Bindemittelsorte **PmB H Hersteller 2** ermittelt worden sind, **relativ stark streuen**. Auffällig ist ferner, das die Messdaten für das Bindemittel der Sorte **PmB H Hersteller 2 sich am weitesten links** in der Abbildung 3.1.2.1 befinden. Dies bedeutet, dass die Werte für den Phasenverschiebungswinkel δ bei konstantem komplexem Schubmodul G* bei der Bindemittelsorte PmB H Hersteller 2 oftmals kleiner sind.

Außerdem ist festzuhalten, dass die Ergebnisse der rheologischen Kenndaten, Phasenverschiebungswinkel δ und komplexer Schubmodul G* bei den höher polymermodifizierten Bindemittelsorten mehr streuen als bei den anderen polymermodifizierten Bindemittelsorten und Straßenbaubitumen.

Die Abbildung 3.1.2.1 gibt eine frequenz- und temperaturunabhängige Darstellung der Ergebnisse wieder. Daher kann über diese Grafik **keine Aussage darüber** getroffen werden, **wie sehr die Ergebnisse des Phasenverschiebungswinkels** δ **und komplexen Schubmoduls G* in Abhängigkeit von einer bestimmten Parameterkombination** für die einzelnen Bindemittelsorten **voneinander differieren**. Aus diesem Grund sind für alle Originalbindemittel bei jeweils konstanten Temperatur- und Frequenzstufen, d.h. für alle zwölf Parameterkombinationen, BLACK - Diagramme angefertigt worden. Die Ergebnisse der zwölf Parameterkombinationen in Form von BLACK-Diagrammen können den Abbildungen 3.1.2.2 bis Abbildung 3.1.2.13 entnommen werden.

Um veranschaulichen zu können, wie stark die Ergebnisse der o.g. Merkmalsgröße in Abhängigkeit von den einzelnen Parameterkombinationen für die einzelnen gealterten Bindemittelsorten voneinander differieren, wurde die Skaleneinteilung der Ordinate nicht verändert.


Abbildung 3.1.2.2: **BLACK - Diagramm** für **alle Originalbindemittel** bei einer Temperatur von T = 50 °C und einer Frequenz von $f_1 = 1,59$ Hz



Abbildung 3.1.2.3: **BLACK - Diagramm** für **alle Originalbindemittel** bei einer Temperatur von T = 50 °C und einer Frequenz von $f_2 = 4$ Hz



Abbildung 3.1.2.4: **BLACK - Diagramm** für **alle Originalbindemittel** bei einer Temperatur von $T_1 = 50$ °C und einer Frequenz von $f_3 = 6$ Hz



Abbildung 3.1.2.5: **BLACK - Diagramm** für **alle Originalbindemittel** bei einer Temperatur von $T_2 = 60$ °C und einer Frequenz von $f_1 = 1,59$ Hz



Abbildung 3.1.2.6: **BLACK - Diagramm** für **alle Originalbindemittel** bei einer Temperatur von $T_2 = 60$ °C und einer Frequenz von $f_2 = 4$ Hz



Abbildung 3.1.2.7: **BLACK - Diagramm** für **alle Originalbindemittel** bei einer Temperatur von $T_2 = 60$ °C und einer Frequenz von $f_3 = 6$ Hz



Abbildung 3.1.2.8: **BLACK - Diagramm** für **alle Originalbindemittel** bei einer Temperatur von $T_3 = 70$ °C und einer Frequenz von $f_2 = 1,59$ Hz



Abbildung 3.1.2.9: **BLACK - Diagramm** für **alle Originalbindemittel** bei einer Temperatur von $T_3 = 70$ °C und einer Frequenz von $f_2 = 4$ Hz



Abbildung 3.1.2.10: **BLACK - Diagramm** für **alle Originalbindemittel** bei einer Temperatur von $T_3 = 70$ °C und einer Frequenz von $f_3 = 6$ Hz



Abbildung 3.1.2.11: **BLACK - Diagramm** für **alle Originalbindemittel** bei einer Temperatur von $T_4 = 80$ °C und einer Frequenz von $f_1 = 1,59$ Hz



Abbildung 3.1.2.12: **BLACK - Diagramm** für **alle Originalbindemittel** bei einer Temperatur von $T_4 = 80$ °C und einer Frequenz von $f_2 = 4$ Hz



Abbildung 3.1.2.13: **BLACK - Diagramm** für **alle Originalbindemittel** bei einer Temperatur von $T_4 = 80$ °C und einer Frequenz von $f_3 = 6$ Hz

Aus den Abbildungen 3.1.2.2 bis 3.1.2.13 kann unschwer gefolgert werden:

1. Bei einer Temperaturstufe von $T_1 = 50$ ° C und sonst konstanten Randbedingungen differieren die Wertepaare aus komplexer Schubmodul G* und Phasenverschiebungswinkel δ der einzelnen Bindemittelsorten deutlicher voneinander als bei einer Temperaturstufe von $T_2 = 60$ ° C, bei einer Temperaturstufe von $T_2 = 60$ ° C deutlicher als bei einer Temperaturstufe von $T_3 = 70$ ° C und bei einer Temperaturstufe von $T_3 = 70$ ° C deutlicher voneinander als bei einer Temperaturstufe von $T_4 = 80$ ° C.

2.

Mit zunehmender Frequenz und bei konstanten Temperaturstufen differieren die Wertepaare aus Phasenverschiebungswinkel δ und komplexer Schubmodul G* der einzelnen Bindemittelsorten stetig stärker voneinander.

3. Bei den Parameterkombinationen Temperaturstufe von $T_2 = 60 \text{ °C}$ / Frequenzstufe von $f_1 = 1,59$ Hz, Temperaturstufe von $T_2 = 60 \text{ °C}$ / Frequenzstufe von $f_3 = 6$ Hz, Temperaturstufe von $T_3 = 70 \text{ °C}$ / Frequenzstufe von $f_1 = 1,59$ Hz, Temperaturstufe von $T_3 = 70 \text{ °C}$ / Frequenzstufe von $f_2 = 4$ Hz, Temperaturstufe von $T_4 = 80 \text{ °C}$ / Frequenzstufe von $f_1 = 1,59$ Hz, Temperaturstufe von $T_4 = 80 \text{ °C}$ / Frequenzstufe von $f_2 = 4$ Hz und Temperaturstufe von $T_4 = 80 \text{ °C}$ / Frequenzstufe von $f_3 = 6$ Hz fallen zum Teil Überschneidungen von Wertepaaren aus Phasenverschiebungswinkel δ und komplexer Schubmodul G*, die für die einzelnen Bindemittelsorten ermittelt worden sind, auf.

Bei den nachfolgend aufgelisteten Parameterkombination liegen zum Teil die ermittelten Werte von Phasenverschiebungswinkel und komplexem Schubmodul einzelner Bindemittelsorten auf nahezu gleichem Niveau, so dass eine Differenzierung des rheologischen Stoffverhaltens nicht möglich ist:

- a. Temperaturstufe $T_2 = 60 \degree C$ / Frequenzstufe von $f_1 = 1,59$ Hz
- b. Temperaturstufe $T_2 = 60 \degree C / Frequenzstufe von f_1 = 6 Hz$
- c. Temperaturstufe $T_3 = 70 \degree C$ / Frequenzstufe von $f_1 = 1,59$ Hz
- d. Temperaturstufe $T_3 = 70$ ° C / Frequenzstufe von $f_1 = 4$ Hz
- e. Temperaturstufe $T_4 = 80 \degree C$ / Frequenzstufe von $f_1 = 1,59$ Hz
- f. Temperaturstufe $T_4 = 80 \degree C / Frequenzstufe von f_1 = 4 Hz$
- g. Temperaturstufe $T_4 = 80 \degree C$ / Frequenzstufe von $f_1 = 6$ Hz
- 4.

Bei der Temperaturstufe $T_4 = 80$ °C ist die Spreizung der Ergebnisse für den komplexen Schubmodul G* bei Betrachtung aller Bindemittelsorten besonders gering.

Zusammenfassend kann festgestellt werden, dass die Wertepaare aus Phasenverschiebungswinkel δ und komplexer Schubmodul G^{*} der einzelnen Bindemittelsorten am deutlichsten bei einer Temperatur von T₁ = 50 ° C und einer Frequenz von f₃= 6 Hz voneinander differieren und sich somit am leichtesten rheologische Unterschiede im Stoffverhalten der untersuchten Bindemittelsorten erkennen lassen.

b) RTFOT- gealterten Bindemittel

In der Abbildung 3.1.2.14 sind die Ergebnisse des komplexen Schubmoduls G^{*} für alle Deformationsstufen in Abhängigkeit von den zugehörigen Ergebnissen der Phasenverschiebungswinkel δ aller RTFOT- gealterten Bindemittel in Form eines frequenz- und temperaturunabhängigen BLACK - Diagramms dargestellt.

Vergleicht man die Wertepaare der einzelnen Bindemittelsorten aus der Abbildung 3.1.2.14 mit den entsprechenden Wertepaaren aus der Abbildung 3.1.2.1 (Ergebnisse für alle Originalbindemittel), so erkennt man, dass für die zusammengehörenden Wertepaare einer Bindemittelsorte eine "Linksverschiebung" stattgefunden hat.

So werden im Vergleich der jeweiligen Bindemittelsorte bei gleichen Werten für den Phasenverschiebungswinkel δ im gealterten thermischen Beanspruchungszustand kleinere Werte für den komplexen Schubmodul G* gefunden als im nicht gealterten thermischen Beanspruchungszustand der Proben.

Die Aussagen, die im Abschnitt a) für die Bindemittelsorten 70/100, 30/45 und PmB 45 A Hersteller 1 für den nicht gealterten thermischen Beanspruchungszustand getroffen worden sind, gelten auch für den gealterten thermischen Beanspruchungszustand.

Das rheologische Stoffverhalten der Bindemittelsorte PmB H Hersteller 4 ändert sich im Vergleich zu den anderen Bindemittelsorten durch die Alterung am wenigsten. Es tritt nur eine geringfügige "Linksverschiebung" der Wertepaare aus Phasenverschiebungswinkel δ und komplexer Schubmodul G* auf.

Während bei den Bindemittelsorten PmB 45 A und PmB 25 A des Herstellers 2 nach Alterung zum Teil höhere Werte für den komplexen Schubmodul bei niedrigeren Werten für den Phasenverschiebungswinkel im Vergleich zu den entsprechenden Werten der Originalbindemittel ermittelt worden sind, bleiben die größten Werte bei den Bindemittelsorten PmB H Hersteller 2 und PmB 25 A Hersteller 3 nach Alterung in ungefähr der gleichen Größenordnung wie die Werte, die im nicht gealterten thermischen Beanspruchungszustand festgestellt worden sind.

Die Wertepaare aus Phasenverschiebungswinkel δ und komplexer Schubmodul G* streuen bei den höher polymermodifizierten Bindemitteln auch im gealterten thermischen Beanspruchungszustand mehr als die anderen polymermodifizierten Bindemittelsorten und Straßenbaubitumen.



Abbildung 3.1.2.14: Darstellung des komplexen Schubmoduls G* in Abhängigkeit vom Phasenveschiebungswinkel δ für alle RTFOT- gealterten Bindemittel (BLACK - Diagramm)

Um auch hier feststellen zu können, bei welcher **Parameterkombination** die Wertepaare aus **Phasenverschiebungswinkel** δ und **komplexer Schubmodul G**^{*} der einzelnen Bindemittelsorten am deutlichsten voneinander differieren, sind **BLACK - Diagramme** für jeweils konstante Temperatur - und konstante Frequenzstufen angefertigt worden.

Aus den Abbildungen 3.1.2.15 bis 3.1.2.26 können für die unterschiedlichen zwölf Parameterkombinationen die Abhängigkeiten der Werte des komplexen Schubmoduls G* von den zugehörigen Werten des Phasenverschiebungswinkels δ für alle RTFOT- gealterten Bindemittel abgelesen werden.

Um veranschaulichen zu können, wie stark die Ergebnisse der o.g. Merkmalsgröße in Abhängigkeit von den einzelnen Parameterkombinationen für die einzelnen gealterten Bindemittelsorten voneinander differieren, wurde die Skaleneinteilung der Ordinate nicht verändert.

BLACK - Diagramm



Abbildung 3.1.2.15: **BLACK - Diagramm** für **alle RTFOT- gealterten Bindemittel** bei einer Temperatur von $T_1 = 50$ °C und einer Frequenz von $f_1 = 1,59$ Hz



Abbildung 3.1.2.16: BLACK - Diagramm für alle RTFOT-gealterten Bindemittel bei einer Temperatur von $T_1 = 50$ °C und einer Frequenz von $f_2 = 4$ Hz



Abbildung 3.1.2.17: **BLACK - Diagramm** für **alle RTFOT- gealterten Bindemittel** bei einer Temperatur von $T_1 = 50$ °C und einer Frequenz von $f_3 = 6$ Hz



Abbildung 3.1.2.18: **BLACK - Diagramm** für **alle RTFOT- gealterten Bindemittel** bei einer Temperatur von $T_2 = 60$ °C und einer Frequenz von $f_2 = 1,59$ Hz



Abbildung 3.1.2.19: **BLACK - Diagramm** für **alle RTFOT- gealterten Bindemittel** bei einer Temperatur von $T_2 = 60$ °C und einer Frequenz von $f_2 = 4$ Hz



Abbildung 3.1.2.20: **BLACK - Diagramm** für **alle RTFOT- gealterten Bindemittel** bei einer Temperatur von $T_2 = 60$ °C und einer Frequenz von $f_3 = 6$ Hz



Abbildung 3.1.2.21: **BLACK - Diagramm** für **alle RTFOT- gealterten Bindemittel** bei einer Temperatur von $T_3 = 70$ °C und einer Frequenz von $f_1 = 1,59$ Hz



Abbildung 3.1.2.22: **BLACK - Diagramm** für **alle RTFOT- gealterten Bindemittel** bei einer Temperatur von $T_3 = 70$ °C und einer Frequenz von $f_2 = 4$ Hz



Abbildung 3.1.2.23: **BLACK - Diagramm** für **alle RTFOT- gealterten Bindemittel** bei einer Temperatur von $T_3 = 70$ °C und einer Frequenz von $f_3 = 6$ Hz



Abbildung 3.1.2.24: **BLACK - Diagramm** für **alle RTFOT- gealterten Bindemittel** bei einer Temperatur von $T_4 = 80$ °C und einer Frequenz von $f_1 = 1,59$ Hz



Abbildung 3.1.2.25: **BLACK - Diagramm** für **alle RTFOT- gealterten Bindemittel** bei einer Temperatur von $T_4 = 80$ °C und einer Frequenz von $f_2 = 4$ Hz



Abbildung 3.1.2.26: **BLACK - Diagramm** für **alle RTFOT- gealterten Bindemittel** bei einer Temperatur von $T_4 = 80$ °C und einer Frequenz von $f_3 = 6$ Hz

Die Ausführungen in den Punkten 1., 2. und 4. der Auflistung aus Abschnitt a) Originalbindemittel gelten sinngemäß nach Betrachtung der Abbildungen 3.1.2.15 bis 3.1.2.26 auch für die RTFOT-gealterten Bindemittel.

Überschneidungen von Wertepaaren aus Phasenverschiebungswinkel δ und komplexer Schubmodul G* der einzelnen Bindemittelsorten konnten bei keiner Parameterkombination bei den gealterten Bindemitteln festgestellt werden.

Bei den RTFOT- gealterten Bindemitteln differieren die Wertepaare aus Phasenverschiebungswinkel δ und komplexer Schubmodul G* der einzelnen Bindemittelsorten auch bei der Parameterkombination Temperaturstufe von T₁ = 50 °C / Frequenzstufe von f₃ = 6 Hz wie bei den Originalbindemitteln am deutlichsten voneinander.

3.1.3 Festlegung der Versuchsparameter für Oszillationsversuche

a) Originalbindemittel

Betrachtet man die Erkenntnisse, die in den Abschnitten 3.1.1 und 3.1.2 gewonnen wurden, zusammenhängend, können die Versuchsparameter nur durch einen Kompromiss zwischen den Zielen "möglichst geringe Streuung der Messergebnisse" und "möglichst deutliche Differenzierung der Messergebnisse" in Bezug auf die verschiedenen Bindemittelsorten festgelegt werden.

Aus Abschnitt 3.1.1 geht hervor, dass die Streuung der Merkmalsgröße komplexer Schubmodul G* bei allen Temperaturstufen bei jeweils der kleinsten Frequenz am geringsten ist.

In Abschnitt 3.1.2 wurde festgestellt, dass bei einer Temperaturstufe von $T_1 = 50$ °C und konstanten Frequenzstufen, die Wertepaare aus komplexer Schubmodul G* und Phasenverschiebungswinkel δ der einzelnen Bindemittelsorten deutlicher differieren als bei den anderen Temperaturstufen von $T_2 = 60$ °C, $T_3 = 70$ °C und $T_4 = 80$ °C.

Außerdem sollte keine Parameterkombination gewählt werden, bei welcher Überschneidungen der Wertepaare aus komplexer Schubmodul G* und Phasenverschiebungswinkel δ von einzelnen Bindemittelsorten auftreten.

Aufgrund dieser Zusammenhänge werden für DSR-Versuche in der Betriebsart Oszillation für Originalbindemittel die folgenden Versuchsparameter vorgeschlagen:

т	- 50 ° C
	- 50 0
t	= 1,59 Hz
d	= 6 %
	T f d

b) RTFOT- gealterte Bindemittel

Aus Abschnitt 3.1.2 geht hervor, dass die Wertepaare aus Phasenverschiebungswinkel δ und komplexer Schubmodul G* der einzelnen Bindemittelsorten bei einer Temperaturstufe von T₁ = 50 °C und konstanten Frequenzstufen deutlicher voneinander differieren als bei den anderen Temperaturstufen von T₂ = 60 °C, T₃ = 70 °C und T₄ = 80 °C.

Aus diesem Grunde sollte für die Durchführung der DSR-Versuche in der Betriebsart Oszillation eine Temperatur $T_1 = 50$ °C als Versuchsparameter festgelegt werden.

Die Summe von Variationskoeffizienten für die Merkmalsgröße komplexer Schubmodul G* liegt bei den Parameterkombinationen Temperaturstufe T₁ = 50 °C / Frequenzstufe f₁ = 1,59 Hz und Temperaturstufe T₁ = 50 °C / Frequenzstufe f₃ = 6 Hz auf ungefähr gleichem Niveau und sind wesentlich geringer als die vergleichbare Summe der Variationskoeffizienten bei der Parameterkombination Temperaturstufe T₁ = 50 °C / Frequenzstufe f₂ = 4 Hz.

Obwohl bei einer Parameterkombination mit höheren Frequenzen gemäß Abschnitt 3.1.2 die Wertepaare aus Phasenverschiebungswinkel δ und komplexer Schubmodul G* im Vergleich zu entsprechenden Wertepaaren bei niedrigeren Frequenzen für die einzelnen Bindemittelsorten deutlicher voneinander differieren, sollte eine Frequenz von $f_1 = 1,59$ Hz als Versuchsparameter festgelegt werden, um möglichst für gealterte und nicht gealterte Bindemittel einheitliche und vergleichbare Prüfrandbedingungen zu erhalten.

Demnach werden auch für die RTFOT-gealterten Bindemittel die folgenden Versuchsparameter für einen DSR-Versuch in der Betriebsart Oszillation vorgeschlagen:

Temperatur Frequenz Deformation	T f d	= 50 ° C = 1,59 Hz = 6 %
Deformation	d	= 6 %

Auswerteverfahren für die Ergebnisse von Oszillationsversuchen

1. Möglichkeit:

Abschätzung der rheologischen Kenngrößen G* und δ

Die rheologischen Kenngrößen komplexer Schubmodul G^{*} und Phasenverschiebungswinkel δ können bei Kenntnis der Ergebnisse der konventionellen Bindemittelkenndaten Erweichungspunkt Ring und Kugel in °C, Nadelpenetration in 1/10 mm, Brechpunkt nach Fraaß in °C und elastische Rückstellung in % zunächst abgeschätzt werden.

Wie im vorherigen Abschnitt 3.1.3 festgelegt wurde, sollen die Oszillationsversuche bei einer Temperatur von $T_1 = 50$ °C und einer Frequenz von $f_1 = 1,59$ Hz durchgeführt werden.

Für diese Parameterkombination konnten durch multiple lineare Regressionsanalysen (siehe auch Abschnitt 2.3.2.1.2) die folgenden Gleichungen und Bestimmtheitsmaße R^2 ermittelt werden, wobei die Formeln (9) und (10) für Originalbindemittel (thermisch nicht beanspruchte Bindemittel) und die Formeln (11) und (12) für gealterte Bindemittel (thermisch beanspruchte) gelten:

a) Originalbindemittel (nicht thermisch beanspruchte Bindemittel)

δ (T₁ = 50 °C, f₁ = 1,59 Hz) = - 0,5759 • EP + 0,2628 • pen + 1,6516 • BP + 114,1746; (9)

Bestimmtheitsmaß

Bestimmtheitsmaß

R² = 97,585 %

mit EP: Erweichungspunkt Ring und Kugel in °C pen: Nadelpenetration in 1/10 mm BP: Brechpunkt nach Fraaß in °C

 $G^{*}(T_{1} = 50 \text{ °C}, f_{1} = 1,59 \text{ Hz}) = -877,1723 \bullet \text{pen} - 46,7348 \bullet \text{elR}\ddot{u} + 80221,0801;$

Bestimmtheitsmaß		maß $R^2 = 67,255 \%$	(10)
mit	pen: elRü:	Nadelpenetration in 1/10 mm elastische Rückstellung in %	

b) Gealterte Bindemittel (thermisch beanspruchte Bindemittel)

δ (T₁ = 50 °C, f₁ = 1,59 Hz) = - 0,58 • EP - 0,1034 • elRü + 108,4774;

(11)

mit EP: Erweichungspunkt Ring und Kugel in °C elRü: elastische Rückstellung in %

G* (T₁ = 50 °C, f₁ = 1,59 Hz) = - 10648,8987 • pen - 120,6961• elRü + 114835, 2906;

 $R^2 = 95.784 \%$

Bestimmtheitsmaß $R^2 = 84,937 \%$ (12)

mit pen: Nadelpenetration in 1/10 mm elRü: elastische Rückstellung in %

Anmerkung: Vier Stellen nach dem Komma sind notwenig, damit die Genauigkeit des Bestimmtheitsmaßes nicht beeinträchtigt wird. Im Abschnitt 2.3.2.1.2 sind die Gleichungen (10) und (12) bzw. die Ergebnisse der multiplen linearen Regressionsanalyse nicht erwähnt worden, weil die Bestimmtheitsmaße unter Berücksichtigung aller fünf Einflussgrößen der konventionellen Bindemittelkenndaten geringer als 90 % sind, was auf größere zufallsbedingte Einflüsse der Messwerte für den komplexen Schubmodul G* durch die Einflussgrößen der aufgeführten konventionellen Bindemittelkenndaten hinweist. Dennoch sollen hier zur Abschätzung der Merkmalsgröße komplexer Schubmodul G* diese Ergebnisse der multiplen linearen Regressionsanalyse mit berücksichtigt werden.

Werden die o.g. Werte der konventionellen Bindemittelkenndaten der acht Bindemittelsorten im nicht gealterten und gealterten thermischen Beanspruchungszustand in die Gleichungen (9) bis (12) eingesetzt und werden die errechneten Wertepaare aus Phasenverschiebungswinkel δ und komplexer Schubmodul G* anschließend in einem BLACK - Diagramm zusammen mit den aus den Oszillationsversuchen gemessenen Wertepaaren aus Phasenverschiebungswinkel δ und komplexer Schubmodul G* eingetragen, vgl. Abbildung 3.1.4.1 und Abbildung 3.1.4.2, so erkennt man, dass eine Abschätzung der rheologischen Kenngrößen komplexer Schubmodul G* und Phasenverschiebungswinkel δ durch die Formeln (9) bis (12) für die acht untersuchten Bindemittelsorten recht gut möglich ist.

Die errechneten Wertepaare aus Phasenverschiebungswinkel δ und komplexer Schubmodul G^{*} in den Abbildungen 3.1.4.1 und 3.1.4.2 erkennt man daran, dass das zugehörige entsprechende Symbol in den Grafiken nur umrandet, d.h. nicht vollflächig mit Farbe gefüllt ist.



Abbildung 3.1.4.1: Gemessene und errechnete Wertepaare aus Phasenverschiebungswinkel δ und komplexer Schubmodul G* für alle Originalbindemittel bei einer Temperatur von T₁ = 50 °C und einer Frequenz von f₁ = 1,59 Hz im x - y - Koordinatensystem (BLACK - Diagramm)



Abbildung 3.1.4.2: Gemessene und errechnete Wertepaare aus Phasenverschiebungswinkel δ und komplexer Schubmodul G* für alle RTFOT- gealterten Bindemittel bei einer Temperatur von T₁ = 50 °C und einer Frequenz von f₁ = 1,59 Hz im x - y - Koordinatensystem (BLACK-Diagramm)

Zweite Möglichkeit:

Ermittlung der rheologischen Kenngrößen komplexer Schubmodul G* und Phasenverschiebungswinkel δ

Als zweite Möglichkeit sind für eine Auswertung die an drei Einzelproben im DSR-Gerät in der Betriebsart Oszillation bei einer Prüftemperatur von T = 50 °C, einer Frequenz von f = 1,59 Hz und einer Deformation von d = 6 % ermittelten rheologischen Kenndaten komplexer Schubmodul G* und Phasenverschiebungswinkel δ festzuhalten und einschließlich ihrer jeweiligen errechneten Mittelwerte in ein BLACK - Diagramm einzutragen.

Hierzu wird in einem x - y - Koordinatensystem auf der Abszisse der Phasenverschiebungswinkel δ und auf der Ordinate der komplexe Schubmodul G* aufgezeichnet.

Für die acht im Forschungsvorhaben untersuchten Bindemittel können "Streubereiche" um die Mittelwerte der Ergebnisse von Phasenverschiebungswinkel δ und komplexer Schubmodul G^{*} mit Hilfe der jeweiligen aus den Einzelwerten errechneten Standardabweichungen ermittelt werden.

Für den Streubereich G* gilt: Mittelwert G*- Standardabweichung G* bis Mittelwert G*+ Standardabweichung G*

Für den Streubereich δ gilt: Mittelwert δ - Standardabweichung δ bis Mittelwert δ + Standardabweichung δ

Die für die acht Bindemittelsorten mit unterschiedlichen Farben gekenzeichneten Flächen, die aus der Abbildung 3.1.4.3 abgelesen werden können, stellen die o.g. Streubereiche um die jeweiligen Mittelwerte der Ergebnisse von G^{*} und δ dar.



Abbildung 3.1.4.3: Vorlage zum Eintragen gemessener Werte von Phasenverschiebungswinkel δ und komplexer Schubmodul G* für Originalbindemittel und Vergleichsmöglichkeit mit Ergebnissen der am Forschungsvorhaben FE 07.196 berücksichtigten Bindemittelsorten (BLACK - Diagramm)

Diese Grafik kann als Vorlage für das Eintragen der festgestellten Werte für G^{*} und δ einer betrachteten Bindemittelprobe verwendet werden, so dass die Ergebnisse mit den Daten der acht im Forschungsvorhaben berücksichtigten Bindemittelsorten verglichen werden können und anschließend somit das rheologische Stoffverhalten beurteilt bzw. eingestuft werden kann.

Die Auswertung für RTFOT- gealterte bzw. thermisch beanspruchte Bindemittel kann in analoger Weise erfolgen, nur mit der Ausnahme dass die Grafik aus Abbildung 3.1.4.4 als Vorlage für das Eintragen der festgestellten Werte für G^{*} und δ einer untersuchten Bindemittelprobe zu benutzen ist.



Abbildung 3.1.4.4: Vorlage zum Eintragen gemessener Werte von Phasenverschiebungswinkel δ und komplexer Schubmodul G* für **RTFOT- gealterte Bindemittel** und Vergleichsmöglichkeit mit Ergebnissen der am Forschungsvorhaben FE 07.196 berücksichtigten Bindemittelsorten (BLACK - Diagramm)

3.1.5 Arbeitsanleitung für die Durchführung und Auswertung von Oszillationsversuchen

3.1.5.1 Zweck und Anwendungsbereich

Das Prüfverfahren dient der Ermittlung des komplexen Schubmoduls G^{*} und des Phasenverschiebungswinkels δ mit einem Dynamischen Scher-Rheometer (DSR) in der Betriebsart Oszillation, um das rheologische Stoffverhalten unterschiedlicher Bindemittelsorten feststellen und einstufen zu können.

3.1.5.2 Geräte

Für die Durchführung der Versuche ist ein verformungskontrolliertes Dynamisches Scher-Rheometer in der Betriebsart Oszillation mit geschlossenem Wasserbad zur Temperaturregulierung des Prüffluids und automatischer Spaltanpassung zu verwenden. Die Untersuchungen sind mit einem Platte-Platte-Messsystem und Plattendurchmessern von 25 mm durchzuführen. Ferner ist ein Thermostat vorzuhalten, die Leitungen vom Thermostaten zum DSR-Gerät sollten zusätzlich mit einem Dämmmaterial ummantelt werden, damit gewährleistet ist, dass Temperaturschwankungen im Wasserbad des DSR-Gerätes ständig kleiner als + / - 0,1 °C sind.

Zur Aufnahme der heißen, flüssigen Bitumenproben sind Schuhcremedosen oder ähnlich kleine Behältnisse einzusetzen. Zur Homogenisierung der Proben sollten Rührstäbe aus Glas benutzt werden können.

Zur Messdatenerfassung und - auswertung muss eine Computeranlage zur Verfügung stehen, die mit dem Dynamischen Scher-Rheometer eine Einheit bildet.

3.1.5.3 Probenvorbereitung

Zunächst werden polymermodifizierte Bindemittelproben einmalig im Trockenschrank bei Temperaturen zwischen T = 180 °C und T = 200 °C und Straßenbaubitumenproben bei Temperaturen von T = 80 °C bis T = 90 °C über dem zu erwartenden Erweichungspunkt Ring und Kugel der jeweiligen Bitumensorte ebenfalls einmalig erwärmt. Die Proben sind bei gleichbleibender Temperatur T durch Rühren zu homogenisieren und anschließend sind drei Schuhcremedosen mit jeweils ca. 20 g Bitumen zu befüllen. Es ist darauf zu achten, dass diese Arbeitsschritte ohne Unterbrechung und zügig durchgeführt werden.

Somit stehen für die Untersuchungen drei Einzelproben zur Verfügung, die die gleiche thermische Beanspruchung erfahren haben. Der im folgenden Abschnitt beschriebene Ablauf der Versuche ist für jede der drei Einzelproben anzuwenden.

3.1.5.4 Durchführung

Nachdem der Temperiermodus gewählt worden ist, wird zu Beginn der Versuchsdurchführung das Dynamische Scher-Rheometer justiert, indem die Nulleinstellung des Messspaltes bei Prüftemperatur überprüft wird. Die Anweisungen der jeweiligen Bedienungsanleitung des DSR-Gerätes sind zu berücksichtigen. Anschließend ist die obere Platte mit Stempel des Messsystems des Dynamischen Scher-Rheometers in seine Ausgangsposition zurück zu fahren, so dass das Probematerial im folgenden Ablauf auf die untere Platte des Messsystems aufgetragen werden kann.

Das jeweilige Probematerial, das sich in den bereits beschriebenen Schuhcremedosen befindet, wird, ein weiteres Mal in der Weise, wie es im vorherigen Abschnitt "Probenvorbereitung" erwähnt worden ist, erhitzt und mit Hilfe eines Rührstabes vor dem Auftragen in das Messsystem des DSR-Gerätes homogenisiert.

Nachdem die Probe homogenisiert worden ist, wird sie aus der Schuhcremedose aus einer Höhe von 2 - 3 cm über der unteren Platte des Messsystems des DSR-Gerätes so lange mittig auf dieselbe gegossen, bis nur noch ein Randbereich von 1 - 2 mm auf der unteren Platte frei bleibt.

Nach dem Auftragen der Probe auf die untere Platte des Dynamischen Scher-Rheometers wird die obere Platte mit Stempel soweit herabgefahren, dass ein Spalt zwischen den beiden Platten von 1,05 mm entsteht. Dadurch wird die Probe belastet und sie entweicht seitlich.

Anschließend wird die Probe getrimmt, d.h. der überstehende Probenanteil wird mit Hilfe eines geeigneten, erwärmten Gerätes abgeschnitten. Wurde die überstehende Probenmenge entfernt, entsteht beim Herunterfahren der Platte auf die genaue Spaltweite von 1,0 mm eine leichte Wölbung nach außen.

Im nächsten Schritt kann die Prüfkammer mit der Prüfflüssigkeit befüllt werden. Anschließend wird die Prüftemperatur von T₁ = 50 °C der Prüfflüssigkeit eingestellt. Eine thermische Ausgleichszeit von 15 Minuten ist einzuhalten. Versuche haben gezeigt, dass eine längere thermische Ausgleichszeit von z.B. 30 Minuten die Ergebnisse nicht signifikant beeinflusst. Vor Beginn des Versuches ist die Eingabe der Versuchsparameter Frequenz f = 1,59 Hz und Deformation d = 6 % in das Auswerteprogramm des computerunterstützen DSR-Gerätes unerlässlich. Anschließend kann der Versuchsdurchlauf gestartet werden. Je Einzelprobe müssen jeweils fünf Messwerte für die rheologischen Kenndaten komplexer Schubmodul G^{*} und Phasenverschiebungswinkel δ vom Auswerteprogramm ermittelt werden. Die Mittelwerte aus diesen fünf Einzelwerten für den Phasenverschiebungswinkel δ und den komplexen Schubmodul G^{*} stellen die Ergebnisse des Versuches für eine Einzelprobe dar.

3.1.5.5 Auswertung

Erste Möglichkeit:

Sind die konventionellen Bindemittelkenndaten Erweichungspunkt Ring und Kugel in °C, Nadelpenetration in 1/10 mm, Brechpunkt nach Fraaß in °C und elastische Rückstellung in % bekannt oder bestimmt worden, können mit Hilfe der zwei folgenden Gleichungen die zu erwartenden Werte für die rheologischen Kenngrößen komplexer Schubmodul G* und Phasenverschiebungswinkel δ abgeschätzt werden.

δ (T =	50 °C, f = 1	,59 Hz) =	- 0,5759 • EP + 0,2628 • pen + 1,6516 • BP + 114,1746	(13)		
G* (T :	= 50 °C, f =	1,59 Hz)=	- 877,1723 • pen - 46,7348 • e + 80221,0801	IRü (14)		
mit	EP: pen: BP: elRü:	Erweichungsp Nadelpenetrati Brechpunkt na Elastische Rüc	Erweichungspunkt Ring und Kugel in °C Nadelpenetration in 1/10mm Brechpunkt nach Fraaß in °C Elastische Rückstellung in %			

Für gealterte Bindemittel (RTFOT-Verfahren) können die rheologischen Kenngrößen δ und G* nach den folgenden Gleichungen abgeschätzt werden:

Gealterte Bindemittel (thermisch beanspruchte Bindemittel)

$\delta (T_1 = \xi$	50 °C, f	₁ = 1,59 Hz) =	- 0,58 • EP - 0,1034 • elRi	j (15)
Bestimmtheitsmaß			$R^2 = 95,784 \%$	(13)
mit	EP: elRü:	Erweichungspu elastische Rück	inkt Ring und Kugel in °C «stellung in %	
G* (T ₁ =	₌ 50 °C,	f ₁ = 1,59 Hz) =	- 10648,8987 • pen - 120,6961• elRü	(4.6)
Bestimr	ntheitsr	naß	$R^2 = 84,937 \%$	(16)
mit	pen: elRü:	Nadelpenetration elastische Rüch	on in 1/10 mm «stellung in %	

Zweite Möglichkeit:

Die jeweils drei Werte für den Phasenverschiebungswinkel δ und komplexer Schubmodul G* der drei Einzelproben sind zu mitteln. Die Mittelwerte für G* und δ sind als erstes Ergebnis dieses Versuches festzuhalten.

Die an den drei Einzelproben im DSR-Gerät ermittelten rheologischen Kenndaten komplexer Schubmodul G* und Phasenverschiebungswinkel δ sind einschließlich ihres jeweiligen errechneten Mittelwertes in das beigefügte sogenannte BLACK - Diagramm einzutragen.

Der Phasenverschiebungswinkel δ kann auf der x - Achse, der komplexe Schubmodul G^{*} auf der y - Achse des Koordinatensystems abgegriffen werden.

Mit Hilfe der Grafik, vergleiche Abbildung 3.1.4.3A, können die festgestellten Ergebnisse mit den entsprechenden Daten der acht Bindemittelsorten, die im Forschungsvorhaben FE 07.196 der Bundesanstalt für Straßenwesen berücksichtigt worden sind, verglichen werden. Somit kann das rheologische Stoffverhalten der untersuchten Bitumenprobe eingestuft werden.

In der Grafik der Abbildung 3.1.4.4A können die Ergebnisse von thermisch beanspruchten Bindemittelsorten (RTFOT-Verfahren) eingetragen werden.

= 20/45	7 0/100						
Hersteller 1	Hersteller 1	Hersteller 1	Hersteller 4	Hersteller 2	Hersteller 2	Hersteller 2	Hersteller 3



Abbildung 3.1.4.3A: Vorlage zum Eintragen gemessener Werte von Phasenverschiebungswinkel δ und komplexer Schubmodul G* für Originalbindemittel und Vergleichsmöglichkeit mit Ergebnissen der am Forschungsvorhaben FE 07.196 berücksichtigten Bindemittelsorten (BLACK - Diagramm)

■ 30/45	■ 70/100	■ PmB 45 A	■ PmB H	■ PmB H	PmB 25 A	■ PmB 45 A	■ PmB 25 A
Hersteller 1	Hersteller 1	Hersteller 1	Hersteller 4	Hersteller 2	Hersteller 2	Hersteller 2	Hersteller 3



Abbildung 3.1.4.4A: Vorlage zum Eintragen gemessener Werte von Phasenverschiebungswinkel δ und komplexer Schubmodul G* für RTFOT- gealterte Bindemittel und Vergleichsmöglichkeit mit Ergebnissen der am Forschungsvorhaben FE 07.196 berücksichtigten Bindemittelsorten (BLACK - Diagramm)

3.1.5.6 Präzision des Verfahrens

An dieser Stelle werden die Standardabweichungen und Variationskoeffizienten, die auf der Grundlage der Messergebnisse, die im Forschungsvorhaben FE 07.196 ermittelt worden sind, beruhen, genannt, weil zur Zeit noch keine Ringanalysenergebnisse bezüglich der Wiederhol - und Vergleichspräzision des beschriebenen Verfahrens vorliegen.

Für Straßenbaubitumen gilt:

a) Für die rheologische Kenngröße des Phasenverschiebungswinkels δ:

Standardabweichung s = 0,4 ° Variationskoeffizient V = 0,5 %

b) Für die rheologische Kenngröße des komplexen Schubmoduls G*:

Standardabweichung s = 2065 Pa Variationskoeffizient V = 4,4 %

Für gebrauchsfertige elastomer modifizierte Bitumen PmB A gemäß der Tabelle 2 der TL- PmB 2001 gilt:

a) Für die rheologische Kenngröße des Phasenverschiebungswinkels δ:

Standardabweichung s = 0,72 ° Variationskoeffizient V = 1,1 %

b) Für die rheologische Kenngröße des komplexen Schubmoduls G*:

Standardabweichung s = 8350 Pa Variationskoeffizient V = 10,5 %

Für gebrauchsfertige höher polymermodifizierte Bitumen PmB H gemäß der Tabelle 4 der TL- PmB 2001 gilt:

a) Für die rheologische Kenngröße des Phasenverschiebungswinkels 8:

Standardabweichung s = 0,78 $^{\circ}$ Variationskoeffizient V = 1,3 $^{\circ}$

b) Für die rheologische Kenngröße des komplexen Schubmoduls G*:

Standardabweichung s = 839 Pa Variationskoeffizient V = 6,6 %

Um genauere Angaben bzgl. der Wiederholpräzision (ein Beobachter, ein Gerät) und der Vergleichpräzision (verschiedene Beobachter, verschiedene Geräte) treffen zu können, muss noch eine Ringanalyse, an welcher mindestens zehn Laboratorien teilnehmen, durchgeführt werden.

3.2 Kriechversuche

Die wesentlichen **Ergebnisse**, die bei der Festlegung der Versuchsparameter für die Kriechversuche zugrunde gelegt werden, sind die für die einzelnen Parameterkombinationen festgestellten Werte der **Kriechdehnung nach einer Kriechdauer von 180 s** und der **Viskosität**.

Die Kenngröße Kriechdehnung nach einer Kriechdauer von t = 180 s wird gegenüber dem Wert der Kriechdehnung nach einer Kriechdauer von t = 0,062 s vorgezogen, weil ein größerer Zeiteinfluss und ein eventuelles viskoelastisches und rein viskoses Materialverhalten somit eher berücksichtigt werden kann. Neben dem Absolutwert der Kriechdehnung nach einer Kriechdauer von 180 s ist die Viskosität eine sehr wichtige Merkmalsgröße, da diese Werte den Anstieg der Kriechkurven (Kriechdehnung in Abhängigkeit von der Zeit) im rein viskosen Bereich, d.h. im letzten Abschnitt der Kriechbelastungsphase, beschreiben.

Wie aus den multiplen Varianzanalysen hervorgeht, wird die Merkmalsgröße Kriechdehnung nach einer Kriecherholungsdauer von t = 600 s durch die unterschiedlichen Variationen der verschiedenen Parameterkombinationen nicht wesentlich anders beeinflusst als die Merkmalsgröße der Kriechdehnung nach einer Kriechdauer t = 180 s, so dass auf die Berücksichtigung der zuerst genannten Kenngröße hinsichtlich der Festlegung der Versuchsparameter für Kriechversuche verzichtet werden kann.

3.2.1 Vorüberlegungen

Für die Festlegung der Versuchsparameter für Kriechversuche ist es unerlässlich, eine Darstellung der festgestellten Werte der Kenngrößen Kriechdehnung nach einer Kriechdauer von t = 180 s und Viskosität in Abhängigkeit von den betrachteten Bindemittelsorten aufzustellen, so dass Unterschiede im Materialverhalten der verschiedenen bitumenhaltigen Stoffe möglichst deutlich veranschaulicht werden.

Als Ziel wird definiert, diejenige **Parameterkombination von Temperaturstufe** und **Schubspannungsstufe** zu finden, bei welcher die ermittelten Daten von **Kriechdehnung nach einer Kriechdauer von t = 180 s** und **Viskosität** für die betrachteten Bindemittelsorten am **stärksten voneinander** differieren.

Zu diesem Zweck sind in den Abbildungen 3.2.1.1 bis 3.2.1.9 in Form von **"gestapelten" Säulendiagrammen** die Kenngrößen Kriechdehnung nach einer Kriechdauer von t = 180 s sowie Viskosität in Abhängigkeit der betrachteten Originalbindemittelsorten für alle im Kriechversuch verwendeten Parameterkombinationen dargestellt.



Abbildung 3.2.1.1: Kriechdehnung nach einer Kriechdauer von 180 s und Viskosität für alle Bindemittelsorten im nicht gealterten thermischen Beanspruchungszustand bei einer Temperatur von $T_1 = 50$ °C und einer Schubspannung von $\tau_1 = 100$ Pa



Abbildung 3.2.1.2: Kriechdehnung nach einer Kriechdauer von 180 s und Viskosität für alle Bindemittelsorten im nicht gealterten thermischen Beanspruchungszustand bei einer Temperatur von $T_1 = 50$ °C und einer Schubspannung von $\tau_2 = 500$ Pa



Abbildung 3.2.1.3: Kriechdehnung nach einer Kriechdauer von 180 s und Viskosität für alle Bindemittelsorten im nicht gealterten thermischen Beanspruchungszustand bei einer Temperatur von $T_1 = 50$ °C und einer Schubspannung von $\tau_3 = 1000$ Pa



Abbildung 3.2.1.4: Kriechdehnung nach einer Kriechdauer von 180 s und Viskosität für alle Bindemittelsorten im nicht gealterten thermischen Beanspruchungszustand bei einer Temperatur von $T_2 = 60$ °C und einer Schubspannung von $\tau_1 = 100$ Pa



Abbildung 3.2.1.5: Kriechdehnung nach einer Kriechdauer von 180 s und Viskosität für alle Bindemittelsorten im nicht gealterten thermischen Beanspruchungszustand bei einer Temperatur von $T_2 = 60$ °C und einer Schubspannung von $\tau_2 = 500$ Pa



Abbildung 3.2.1.6: Kriechdehnung nach einer Kriechdauer von 180 s und Viskosität für alle Bindemittelsorten im nicht gealterten thermischen Beanspruchungszustand bei einer Temperatur von $T_2 = 60$ °C und einer Schubspannung von $\tau_3 = 1000$ Pa



Abbildung 3.2.1.7: Kriechdehnung nach einer Kriechdauer von 180 s und Viskosität für alle Bindemittelsorten im nicht gealterten thermischen Beanspruchungszustand bei einer Temperatur von $T_3 = 70$ °C und einer Schubspannung von $\tau_1 = 100$ Pa



Abbildung 3.2.1.8: Kriechdehnung nach einer Kriechdauer von 180 s und Viskosität für alle Bindemittelsorten im nicht gealterten thermischen Beanspruchungszustand bei einer Temperatur von $T_3 = 70$ °C und einer Schubspannung von $\tau_2 = 500$ Pa



```
Abbildung 3.2.1.9: Kriechdehnung nach einer Kriechdauer von 180 s und Viskosität für alle Bindemittelsorten im nicht gealterten thermischen Beanspruchungszustand bei einer Temperatur von T_3 = 70 °C und einer Schubspannung von \tau_3 = 1000 Pa
```

Nach Betrachtung der Abbildungen 3.2.1.5 bis 3.2.1.9 fällt auf, dass bei den Parameterkombinationen Temperaturstufe $T_2 = 60$ °C / Schubspannungsstufe $\tau_2 = 500$ Pa, Temperaturstufe $T_2 = 60$ °C / Schubspannungsstufe $\tau_3 = 1000$ Pa, Temperaturstufe $T_3 = 70$ °C / Schubspannungsstufe $\tau_1 = 100$ Pa, Temperaturstufe $T_3 = 70$ °C / Schubspannungsstufe $\tau_2 = 500$ Pa und Temperaturstufe $T_3 = 70$ °C / Schubspannungsstufe $\tau_2 = 500$ Pa und Temperaturstufe $T_3 = 70$ °C / Schubspannungsstufe $\tau_3 = 1000$ Pa bei dieser Darstellungsform die Werte der Viskosität im Vergleich zu den Daten der Kriechdehnung so gering sind, dass eine Differenzierung der einzelnen Bindemittelsorten hinsichtlich der Kenngröße Viskosität nicht ausreichend genau verdeutlicht wird.

Aus den Abbildungen 3.2.1.3 und 3.2.1.4 kann gefolgert werden, dass zwar das unterschiedliche Materialverhalten der Straßenbaubitumen im Vergleich zum Materialverhalten der Gruppe der polymermodifizierten Bindemittel (bei den Straßenbaubitumen 30/45, 70/100 weisen die Kriechdehnungen grundsätzlich höhere Werte und die Viskositäten niedrigere Werte als bei den polymermodifizierten Bindemitteln auf) auffällt, jedoch die polymermodifizierten Bindemittel untereinander aufgrund zu geringer Unterschiede in den festgestellten Viskositätswerten zu wenig voneinander differieren.

Diese Aussage gilt folglich für die Parameterkombinationen Temperaturstufe $T_1 = 50$ °C / Schubspannungsstufe $\tau_3 = 1000$ Pa und Temperaturstufe $T_2 = 60$ °C / Schubspannungsstufe $\tau_1 = 100$ Pa.

Bei der Abbildung 3.2.1.1, die für die Parameterkombination Temperaturstufe $T_1 = 50$ °C / Schubspannungsstufe $\tau_1 = 100$ Pa angefertigt worden ist, sind die festgestellten Werte für die Kriechdehnung nach einer Kriechdauer von 180 s der Bindemittelsorten PmB 45 A Hersteller 1, PmB H Hersteller 2, PmB 25 A Hersteller 2 und PmB 25 A Hersteller 3 durch die gewählte Darstellungsform nicht hinreichend genau voneinander zu unterscheiden, so dass diese Parameterkombination wie auch die anderen bis jetzt genannten Parameterkombination.

Durch die Darstellung der ermittelten Werte der Kriechdehnung nach einer Kriechdauer von t = 180 s und Viskosität in Abhängigkeit von den betrachteten Bindemittelsorten für die Parameterkombination Temperaturstufe T₁ = 50 °C / Schubspannungsstufe τ_2 = 500 Pa, die in der Abbildung 3.2.1.2 wiedergegeben ist, werden die Unterschiede im Materialverhalten der verschiedenen bitumenhaltigen Stoffe noch am besten veranschaulicht.

Auffällig ist, dass bei allen polymermodifizierten Bindemitteln, mit Ausnahme des PmB H Hersteller 4, die ermittelten Werte der Viskositäten deutlich größer dargestellt sind als die ermittelten Werte der Kriechdehnungen. Durch diese Darstellung wird eindeutig gezeigt, dass das Materialverhalten der Bindemittelsorten PmB 25 A Hersteller 3 und 70/100 Hersteller 1 stark von dem Materialverhalten der anderen Bindemittelsorten und auch untereinander differiert. Die Produkte des Bitumenherstellers 2 (PmB 45 A, PmB 25 A und PmB H) lassen sich eindeutig voneinander unterscheiden.

Durch die Oszillationsversuche wurde festgestellt, dass ein unterschiedliches Materialverhalten der Bindemittelsorten 30/45 und PmB H Hersteller 4 sowie der polymermodifizierten Bindemittelsorten PmB 45 A Hersteller 1 und PmB 45 A Hersteller 2 vorliegt. Nach Betrachtung der Abbildung 3.2.1.2 muss jedoch gefolgert werden, dass diese Unterschiede im Materialverhalten der vier genannten Bindemittelsorten durch einen Kriechversuch bei den gegebenen Randbedingungen von einer Temperaturstufe von $T_1 = 50$ °C und einer Schubspannungsstufe von $\tau_2 = 500$ Pa nicht angesprochen werden. **Dies stellt einen wesentlichen Nachteil für den Kriechversuch im Vergleich zum Oszillationsversuch dar.**

Eine Betrachtung der Variationskoeffizienten, wie dies bei den Oszillationsversuchen für die Festlegung der Versuchsparameter durchgeführt worden ist, wird an dieser Stelle für die Kriechversuche nicht vorgenommen, weil nach Betrachtung der Einzelwerte der Merkmalsgrößen festgestellt wurde, dass für keine der Parameterkombinationen ein allgemein gültiger Vorteil besteht.

Der Vollständigkeit halber sind an dieser Stelle die Abbildungen 3.2.1.10 bis 3.2.1.12 eingefügt.



Abbildung 3.2.1.10: Kriechdehnung nach einer Kriechdauer von 180 s und Viskosität für alle Bindemittelsorten im RTFOT- gealterten thermischen Beanspruchungszustand bei einer Temperatur von $T_1 = 50$ °C und einer Schubspannung von $\tau_1 = 100$ Pa



Abbildung 3.2.1.11: Kriechdehnung nach einer Kriechdauer von 180 sec und Viskosität für alle Bindemittelsorten im RTFOT- gealterten thermischen Beanspruchungszustand bei einer Temperatur von $T_1 = 50$ °C und einer Schubspannung von $\tau_2 = 500$ Pa


```
Abbildung 3.2.1.12: Kriechdehnung nach einer Kriechdauer von 180 s und Viskosität für alle
Bindemittelsorten im RTFOT- gealterten thermischen Beanspruchungs-
zustand bei einer Temperatur von T_1 = 50 °C und einer Schubspannung von
\tau_3 = 1000 Pa
```

In den Abbildungen 3.2.1.10 bis 3.2.1.12 sind in analoger Weise wie für die Originalbindemittel die Merkmalsgrößen Kriechdehnung nach einer Kriechdauer t = 180 s und Viskosität in Form von "gestapelten" Säulendiagrammen für alle RTFOT-gealterten Bindemittelsorten dargestellt.

Aus der Betrachtung der unterschiedlichen Diagramme geht hervor, dass für keine Parameterkombination die Werte der Merkmalsgrößen Kriechdehnung nach einer Kriechdauer von t = 180 s und Viskosität der einzelnen Bindemittelsorten so voneinander differieren, dass charakteristische Unterschiede im Materialverhalten der verschiedenen bitumenhaltigen Stoffe hinreichend genau veranschaulicht werden können.

Auf die Abbildung weiterer Parameterkombinationen wird verzichtet, weil mehrfach in diesem Forschungsbericht bereits darauf eingegangen worden ist, dass bei höheren Temperaturen Unterschiede im Materialverhalten verschiedener Bindemittelsorten schlechter hervortreten.

3.2.2 Festlegung der Versuchsparameter für Kriechversuche

Aus dem Abschnitt 3.2.1 geht hervor, dass die günstigste Parameterkombination bei einer Temperatur von T = 50 °C und einer Schubspannung von τ = 500 Pa vorhanden ist, da dann die ermittelten Werte für die Kriechdehnung nach einer Kriechdauer von t = 180 s und Viskosität bei den betrachteten Bindemittelsorten noch am besten und deutlichsten voneinander differieren. Hier muss trotzdem nochmal darauf hingewiesen werden, dass durch die Grafiken auch bei der gewählten Parameterkombination nicht alle Bindemittelsorten eindeutig voneinander unterschieden werden können.

Auswerteverfahren für die Ergebnisse von Kriechversuchen

3.2.3

Aufgrund der in Abschnitt 3.2.1 festgestellten Zusammenhänge kann für die Ergebnisse von Kriechversuchen **kein allgemein gültiges Auswerteverfahren** angegeben werden.

Sollen dennoch Kriechversuche durchgeführt werden, ist eine Temperaturstufe von T = 50 °C und Schubspannungsstufe von τ = 500 Pa vorteilhaft.

Zur Abschätzung der zu erwartenden Werte der Kenngrößen Kriechdehnung nach einer Kriechdauer von t = 180 s und Viskosität sowie zum Vergleich von gemessenen Daten zu den Ergebnissen für die Bindemittelsorten, die in diesem Forschungsvorhaben berücksichtigt worden sind, können die folgenden Ausführungen hilfreich sein:

 Zur Abschätzung der zu erwartenden Werte der Kenngrößen Kriechdehnung nach einer Kriechdauer von t = 180 s und Viskosität können zunächst die Ergebnisse der konventionellen Bindemittelkenndaten Erweichungspunkt Ring und Kugel in °C, Nadelpenetration in 1/10 mm, Brechpunkt nach Fraaß in °C, maximale Formänderungsarbeit in Joule und elastische Rückstellung in % verwendet werden.

Bei der zu wählenden Parameterkombination Temperaturstufe T = 50 °C / Schubspannungsstufe τ = 500 Pa wurden durch multiple lineare Regressionsanalysen (siehe auch Abschnitt 3.3.2.2) die folgenden Gleichungen und Bestimmtheitsmaße R² ermittelt, wobei die nachfolgend aufgeführten Formeln (17) und (18) für Originalbindemittel und die Formeln (19) und (20) für gealterte Bindemittel gelten:

a) Originalbindemittel (nicht thermisch beanspruchte Bindemittel)

Kriechdehnung nach einer Kriechdauer von t = 180 s (T = 50 °C, τ = 500 Pa) = 985,6002 • pen - 15235,6488 • FA - 8310,418;

Bestimmtheitsmaß $R^2 = 92,145 \%$

mit pen: Nadelpenetration in 1/10 mm FA: maximale Formänderungsarbeit in Joule

Viskosität (T = 50 °C, τ = 500 Pa) = 4042,5418 • EP - 1563,6212 • pen - 12371,3185 • BP - 24326,5167 • FA - 560,3018 • elRü - 258262,2174;

Bestimmtheitsmaß $R^2 = 81,790$ %

(18)

(17)

- mit EP : Erweichungspunkt Ring und Kugel in °C pen : Nadelpenetration in 1/10 mm BP : Brechtpunkt nach Fraaß in °C FA : maximale Formänderungsarbeit in Joule
 - elRü : Elastische Rückstellung in %

b) Gealterte Bindemittel (thermisch beanspruchte Bindemittel)

Kriechdehnung nach einer Kriechdauer von t = 180 s (T = 50 °C, τ = 500 Pa) = 478,6465 • EP - 213,8013 • elRü + 3089,8864;

Bestimmtheitsmaß $R^2 = 97,698$ %

(19)

mit EP: Erweichungspunkt Ring und Kugel in °C elRü: Elastische Rückstellung in %

Viskosität (T = 50 °C, τ = 500 Pa) = - 3920,5063 • pen - 28077,7927 • BP + 53537,9587 • FA - 1665,6843 • elRü - 146505,0791;

Bestimmtheitsmaß $R^2 = 94,52$ %

(20)

mit	pen:	Nadelpenetration in 1/10 mm
	BP:	Brechtpunkt nach Fraaß in °C
	FA:	maximale Formänderungsarbeit in Joule
	elRü:	Elastische Rückstellung in %

Im Abschnitt 2.3.2.2.2 ist die Gleichung (18) nicht erwähnt worden, weil das Bestimmtheitsmaß R² sich zu geringer als 90 % ergab. Für eine Abschätzung der Größenordnung der Merkmalsgröße Viskosität ist diese Gleichung jedoch ausreichend.

2. Um gemessene Werte für die Merkmalsgrößen Kriechdehnung nach einer Kriechdauer von t = 180 s und Viskosität mit den Ergebnissen, die an den Bindemittelsorten, die in diesem Forschungsvorhaben berücksichtigt worden sind, vergleichen zu können, kann es nützlich sein die festgestellten Daten der oben erwähnten Kenngrößen für ein beliebiges, nicht thermisch beanspruchtes Bindemittel in das Diagramm der Abbildung 3.2.1.2 hinzuzufügen.

3.2.4 Arbeitsanleitung für die Durchführung und Auswertung von Kriechversuchen

Auf eine Arbeitsanleitung für die Durchführung und Auswertung von Kriechversuchen kann aus den Gründen, die aus Abschnitt 3.2.1 hervorgehen, verzichtet werden. Sollen Kriechversuche bei den in Abschnitt 3.2.2 vorgeschlagenen Versuchsparametern durchgeführt werden, sind die Ausführungen, die in den Abschnitten 3.1.5.2, 3.1.5.3 und 3.1.5.4, soweit keine "oszillationstypischen" Randbedingungen angesprochen werden, auch für die Kriechversuche zu berücksichtigen.

4. Zusammenfassung

Ziel des hier vorliegenden Forschungsvorhabens war es, die Prüfbedingungen für die Versuche im Dynamischen Scher-Rheometer (DSR) so zu optimieren, dass die häufig in Deutschland verwendeten polymermodifizierten Bindemittel differenziert und plausibel auf ihre Gebrauchseigenschaften angesprochen werden und die rheologischen Kenngrößen der Bindemittel bestimmt werden können. Daher sollten die Prüfbedingungen im DSR-Versuch möglichst vereinheitlicht und diese in einer Arbeitsanleitung dokumentiert werden.

Anhand des Literaturstudiums wurden die bisher gewonnenen Kenntnisse und Erfahrungen mit dem DSR-Verfahren gesammelt und beurteilt. Des weiteren wurden an acht unterschiedlichen Bitumenarten / -sorten DSR-Versuche sowohl im Original - als auch im gealterten Zustand (RTFOT-Verfahren) durchgeführt. Über Vorversuche wurden die grundsätzlichen Rahmenbedingungen für den DSR-Versuch festgelegt und die Probenvorbereitung optimiert.

In den Oszillationsversuchen wurden die Deformation d in drei Stufen, die Frequenz f in drei Stufen und die Temperatur T in vier Stufen systematisch variiert. Somit ergaben sich bei acht unterschiedlichen Bindemittelsorten im Original- und im gealterten Zustand insgesamt 576 verschiedene Varianten von Oszillationsversuchen. Wegen der Wiederholungsprüfungen (n = 3) verdreifachte sich die Versuchsanzahl auf insgesamt 1728 Oszillationsversuche. Die Durchführung der Kriechversuche wurde auch an den acht Original - und nach dem RTFOT-Verfahren gealterten Bindemittelsorten vorgenommen, wobei die Prüftemperatur T in drei Stufen und die Schubspannung τ in drei Stufen systematisch variiert wurden. Aufgrund der Wiederholungsprüfungen (n = 3) ergab sich somit eine Gesamtanzahl von 432 Kriechversuchen (144 Kriechversuchsvarianten).

Das bei den experimentellen Untersuchungen gewonnene Datenmaterial wurde unter Anwendung mathematisch-statistischer Methoden ausgewertet. Anhand von multiplen Varianzanalysen konnten die Stärken der einzelnen Einflussgrößen qualitativ ermittelt werden, wobei die Dominanz der systematischen gegenüber den zufälligen Einflüssen als sehr hoch ermittelt worden ist. Zur Quantifizierung des Einflusses einzelner Prüfbedingungen sowie der Ermittlung etwaiger Korrelationen zwischen der im DSR-Versuch ermittelten Kennwerten und konventionellen Bindemittelkenndaten wurden multiple Regressionsanalysen gerechnet.

Aus den gewonnenen Ergebnissen konnten die Rahmenbedingungen für die Durchführung und Auswertung von Oszillations- und Kriechversuchen abgeleitet werden. Demnach sollten Oszillationsversuche bei einer Prüftemperatur von T = 50 ° C, einer Frequenz von f = 1,59 Hz und einer Deformation von d = 6 % durchgeführt werden. Für die Kriechversuche ergaben sich die besten Versuchsbedingungen bei einer Temperaturstufe von T = 50 ° C und einer Schubspannungsstufe von τ = 500 Pa.

Unter Berücksichtigung der vorgeschlagenen Versuchsbedingungen konnte durch Darstellung der rheologischen Kenngrößen Phasenverschiebungswinkel δ und komplexer Schubmodul G* in einem BLACK - Diagramm nachgewiesen werden, dass die untersuchten acht Original - und gealterten Bindemittelsorten sich in ihrem rheologischen Verhalten recht gut voneinander trennen lassen und somit eine objektivere Beurteilung des rheologischen Verhaltens der untersuchten polymermodifizierten Bindemittel möglich ist. Für die aus Kriechversuchen ermittelten Kenngrößen konnte kein eindeutiges Kriterium zur Unterscheidung des rheologischen Verhaltens der untersuchten Bindemittelsorten herausgearbeitet werden.

5. Literaturverzeichnis

- [1] Teugels W.: The Black Diagram, Only a Rheological Data Presentation?, 2nd Eurasphalt&Eurobitume Congress, Book 1, pages 862-872, Barcelona 2000
- [2] DIN EN 12 607-1 "Bitumen und bitumenhaltige Bindemittel, Bestimmung der Beständigkeit gegen Verhärtung unter Einfluß von Wärme und Luft, Teil 1: RTFOT-Verfahren", April 2000
- [3] Angewandte Statistik, Anwendung statistischer Methoden, Lothar Sachs, Sechste Auflage, Springer-Verlag Berlin, Heidelberg, New York, Tokyo, 1984
- [4] Hase, Oelkers: "Anlagen zum Forschungsbericht FE 07.196/2001/BGB" Juni 2003

Schriftenreihe

Berichte der Bundesanstalt für Straßenwesen

Unterreihe "Straßenbau"

1993

S 1: Verwitterungsbeständigkeit von Recycling-Baustoffen Guth kostenlos

S 2: Eignung von Grubenbergen als Baustoff für Tragschichten ohne Bindemittel

Guth kostenlos

S 3: Altlastenerfassung durch geophysikalische Methoden Faust kostenlos

S 4: EPS-Hartschaum als Baustoff für Straßen **Bull-Wasser** kostenlos

S 5: Baubegleitende Messungen B 73n Heinisch, Blume kostenlos

S 6: Eignung überdeckter Fugen mit Querkraftübertragung kostenlos Fleisch. Bartz

1994

S 7: 33. Erfahrungsaustausch über Erdarbeiten im Straßenbau € 14,00

1995

S 8: Anleitung Qualitätsmanagementplan Asphalttragschichten Freund, Stöckner € 12.50

S 9: Meßwert- und rechnergestütztes Management der Stra-Benerhaltung - Niederschrift und Referate des Erfahrungsaustausches am 16. und 17. Mai 1995 in Berlin € 13.00

S 10: 34. Erfahrungsaustausch über Erdarbeiten im Straßenbau

1996

S 11: Der Einfluß der Textur auf	FReifen/Fahrbahngeräusch und
Rollwiderstand	
Ullrich, Glaeser, Sander	€ 15.00

S 12: Offenporige Asphaltdeckschichten auf Außerortsstraßen -€ 10,00

Projektgruppe "Lärmmindernde Straßendecken" S 13: Qualität von mineralischen Straßenbaustoffen

1997

Tabbert

S 14: 35. Erfahrungsaustausch über Erdarbeiten im Straßenbau

S 15: Anforderungen an Fugenfüllsysteme aus Temperaturdehnungen

Eisenmann, Lechner € 12.50 S 16: Sicherheitswirksamkeit ausgewählter Straßenbaumaßnah-men

im Lande Brandenburg Schnüll, Handke, Seitz € 22.00

1998

S 17: Restnutzungsdauer von Asphaltschichten	
Wolf	€ 13,00

S 18: 2. Erfahrungsaustausch über rechnergestütztes erhaltungsmanagement	Straßen- € 14,50
S 19: Einfluß der Bruchflächigkeit von Edelsplitten auf d	lie Stand-
festigkeit von Asphalten	
Teil 1: Literaturauswertung	
Beckedahl, Nösler, Straube	
Teil 2: Einfluß des Rundkornanteils auf die Scherfesti	gkeit von
Gesteinskörnungen	
H.G. Diel	€ 16,50

1999

S 20: 36. Erfahrungsaustausch über Erdarbeiten im Straßenbau € 14.00 S 21: Walzbeton: Ergebnisse aus neuester Forschung und langjähriger Praxis - Kompendium Birmann, Burger, Weingart, Westermann Teil 1: Einfluß der Zusammensetzung und der Verdichtung von Walzbeton auf die Gebrauchseigenschaften (1) Schmidt, Bohlmann, Vogel, Westermann Teil 2: Einfluß der Zusammensetzung und der Verdichtung von Walzbeton auf die Gebrauchseigenschaften (2) Weingart, Dreßler Teil 3: Messungen an einer Versuchsstrecke mit Walzbeton-Tragschicht an der B54 bei Stein-Neukirch Eisenmann, Birmann Teil 4: Temperaturdehnung, Schichtenverbund, vertikaler Dichteverlauf und Ebenheit von Walzbeton € 17.00 Burger

2000

S 22: 3. Bund-Länder-Erfahrungsaustausch zur systematischen Straßenerhaltung – Nutzen der systematischen Straßenerhaltung € 19.50

S 23: Prüfen von Gesteinskörnungen für das Bauwesen	
Ballmann, Collins, Delalande, Mishellany,	
v. d. Elshout, Sym	€ 10,50

2001

S 24: Bauverfahren beim Straßenbau auf wenig tragfähigem Untergrund - Konsolidationsverfahren -

Teil 1: Vergleichende Betrachtung von Konsolidationsverfahren beim Straßenbau auf wenig tragfähigem Untergrund

Teil 2: Erfahrungsberichte über ausgeführte Straßenbauprojekte auf wenig tragfähigem Untergrund unter Verwendung von Konsolidationsverfahren

€ 17.50

S 25: 37. Erfahrungsaustausch über Erdarbeiten im Straßenbau € 16.50

2002

Koch

S 26: Bauverfahren beim Straßenbau auf wenig tragfähigem Untergrund - Aufgeständerte Gründungspolster Rogner, Stelter

€ 14.00

S 27: Neue Methoden für die Mustergleichheitsprüfung von Markierungsstoffen – Neuentwicklung im Rahmen der Einführung der ZTV-M 02

Killing, Hirsch, Boubaker, Krotmann € 11.50

S 28: Rechtsfragen der Bundesauftragsverwaltung bei Bundesfernstraßen - Referate eines Forschungsseminars der Universität des Saarlandes und des Arbeitsausschusses "Straßenrecht" am 25./26. September 2000 in Saarbrücken € 13.00

S 29: Nichtverkehrliche Straßennutzung - Referate eines Forschungsseminars der Universität des Saarlandes und des Arbeitsausschusses "Straßenrecht" am 24./25. September 2001 in Saarbrücken € 13.50

€ 14.00

€ 16,50

€ 16.50

S 30: 4. Bund-Länder-Erfahrungsaustausch zur systematischen Straßenerhaltung – Workshop Straßenerhaltung mit System – $\in 19.50$

S 31: Arbeitsanleitung für den Einsatz des Georadars zur Gewinnung von Bestandsdaten des Fahrbahnaufbaues "Straßenrecht" am 23./24. September 2002 in Saarbrücken Golkowski € 13.50

S 32: Straßenbaufinanzierung und -verwaltung in neuen Formen – Referate eines Forschungsvorhabens der Universität des Saarlandes und des Arbeitsausschusses "Straßenrecht" am 23. und 24. September 2003 in Saarbrücken \in 13,50

S 33: 38. Erfahrungsaustausch über Erdarbeiten im Straßenbau \in 17,50

S 34: Untersuchungen zum Einsatz von EPS-Hartschaumstoffen beim Bau von Straßendämmen

Hillmann, Koch, Wolf € 14,00

2004

S 35: Bauverfahren beim Straßenbau auf wenig tragfähigem Untergrund – Bodenersatzverfahren

Grundhoff, Kahl € 17,50

S 36: Umsetzung und Vollzug von EG-Richtlinien im Straßenrecht – Referate eines Forschungsseminars der Universität des Saarlandes und des Arbeitsausschusses "Straßenrecht" am 22. und 23. September 2003 in Saarbrücken \in 13,50

S 37: Verbundprojekt "Leiser Straßenverkehr – Reduzierte Reifen-Fahrbahn-Geräusche"

Projektgruppe "Leiser Straßenverkehr" € 16,50

2005

S 38: Beschleunigung und Verzögerung im Straßenbau – Referate eines Forschungsseminars der Universität des Saarlandes und des Arbeitsausschusses "Straßenrecht" der Forschungsgesellschaft für Straßen- und Verkehrswesen am 27./28. September 2004 in Saarbrücken € 16,50

S 39: Optimierung des Triaxialversuchs zur Bewertung des Verformungswiderstandes von Asphalt Benken, Büchler € 16.00

Renken, Büchler

S 40: 39. Erfahrungsaustausch über Erdarbeiten im Straßenbau € 17.50

S 41: Chemische Veränderungen von Geotextilien unter Bodenkontakt – Untersuchungen von ausgegrabenen Proben Schröder € 13.50

S 42: Veränderung von PmB nach Alterung mit dem RTFOT- und RFT-Verfahren – Veränderungen der Eigenschaften von polymermodifizierten Bitumen nach Alterung mit dem RTFOT- und RFT-Verfahren und nach Rückgewinnung aus Asphalt

Wörner, Metz in Vorbereitung

S 43: Eignung frostempfindlicher Böden für die Behandlung mit Kalk Krajewski, Kuhl in Vorbereitung

S 44: 30 Jahre Erfahrungen mit Straßen auf wenig tragfähigem Untergrund

Bürger, Blosfeld, Blume, Hillmann € 21,50

2006

S 45: Stoffmodelle zur Voraussage des Verformungswiderstandes und Ermüdungsverhaltens von Asphaltbefestigungen Leutner, Lorenzl, Schmoeckel € 21,00

S 46: Analyse vorliegender messtechnischer Zustandsdaten und Erweiterung der Bewertungsparameter für Innerortsstraßen Steinauer, Ueckermann, Maerschalk \in 21,00

S 47: Rahmenbedingungen für DSR-Messungen an Bitumen Dieser Bericht liegt **nur** in digitaler Form vor und kann kostenpflichtig unter <u>www.nw-verlag.de</u> heruntergeladen werden. Hase, Oelkers € 24,50

Alle Berichte sind zu beziehen beim:

Wirtschaftsverlag NW Verlag für neue Wissenschaft GmbH Postfach 10 11 10 D-27511 Bremerhaven Telefon: (04 71) 9 45 44 - 0 Telefax: (04 71) 9 45 44 77 Email: vertrieb@nw-verlag.de Internet: www.nw-verlag.de

Dort ist auch ein Komplettverzeichnis erhältlich.