



Universitätsstraße 150
44801 Bochum
Gebäude IC 4/127
Telefon 0234/32-27437
Telefax 0234/32-14152
Verkehrswegebau@rub.de

Prof. Dr.-Ing. M. Radenberg • [Ruhr-Universität Bochum](http://www.ruhr-uni-bochum.de) • [D-44780 Bochum](http://www.d-44780-bochum.de)

Nouryon Surface Chemistry AB
Box 50579
202 15 Malmö
Schweden

Bochum, 28. Juni 2023

UNTERSUCHUNGSBERICHT

Projekt-Nr.: 2306-2-1

Auftrag: Nachweis der Wirksamkeit des oberflächenaktiven Additivs Rediset LQ1200 auf die Verarbeitbarkeit und Verdichtbarkeit im Labormaßstab

Auftraggeber: Nouryon Surface Chemistry AB

Sachbearbeiter: Prof. Dr.-Ing. M. Radenberg, Dipl.-Ing. L Vienenkötter

Hinweis: Dieser Untersuchungsbericht besteht aus 13 Seiten und darf ohne schriftliche Genehmigung nicht auszugsweise vervielfältigt werden. Die Untersuchungsergebnisse beziehen sich ausschließlich auf die untersuchten Prüfgegenstände. Rückstellprobenlagerung mindestens vier Wochen nach Probeneingang.

1 Vorgang

Das „Merkblatt für Temperaturabsenkung von Asphalt“ (M TA) behandelt die Herstellung und Verarbeitung von temperaturabgesenkten Walz- und Gussasphalten unter Verwendung viskositätsveränderter Bindemittel oder viskositätsverändernder Zusätze. Für die Herstellung und Verarbeitung von Gussasphalt hat sich aufgrund der kritischeren Arbeitsplatzbelastungen eine generelle Temperaturreduzierung des Materials bereits seit 2007 durchgesetzt. Für Walzasphalte war der „Druck“ zur Temperaturreduzierung aufgrund insgesamt niedrigerer Arbeitsplatzbelastungen bisher nicht so groß, sodass sich hier noch keine generelle Reduzierung der Temperaturen bei der Herstellung und Verarbeitung ergeben hat. Im Mai 2020 erschien eine neue Fassung der Technischen Regeln für Gefahrstoffe (TRGS 900) [TRGS, 2020], in der ein Arbeitsplatzgrenzwert für Dämpfe und Aerosole bei der Heißverarbeitung von Destillations- und Air-Rectified-Bitumen eingeführt wurde. Dieser Grenzwert ist so niedrig ($1,5 \text{ mg/m}^3$), dass er mit den aktuellen Technologien bisher nicht eingehalten werden kann. Daher wurde der Grenzwert für die kommenden 5 Jahre ausgesetzt. Bis dahin müssen technologische Lösungen gefunden werden, um diesen Grenzwert sicher einzuhalten. Eine wesentliche Komponente zur zukünftigen Einhaltung des Grenzwertes wird die Absenkung der Verarbeitungstemperatur sein. Grundsätzlich sind Verfahren und Additive vorhanden, die die notwendige Reduzierung der Temperatur bei der Herstellung und Verarbeitung herbeiführen können. Der Nachweis der hinreichenden Verarbeitbarkeit von Walzasphalten bei abgesenkter Temperatur ist im Labormaßstab noch nicht hinreichend erbracht. Zwar ist im M TA in Anhang 1 „Ergänzende Prüfungen für temperaturabgesenkten Walzasphalt im Rahmen des Eignungsnachweises“ eine Vorgehensweise mit dem Marshall-Verfahren beschrieben, doch die Funktionalität dieser Vorgehensweise ist nicht bei allen Zusätzen zur Temperaturabsenkung gegeben, bzw. deutlich ausgeprägt. Die Notwendigkeit zur Entwicklung einer (weiteren) Alternative im Labormaßstab ist vor dem Hintergrund der vorgenannten Grenzwert-Situation als außerordentlich hoch einzustufen.

Mit einem Forschungsprojekt an der Ruhr-Universität Bochum werden neue wissenschaftliche Erkenntnisse zum Nachweis der möglichen Temperaturabsenkung im Labormaßstab erarbeitet. Hierzu wurde ein umfangreiches Untersuchungsprogramm mit fünf Arbeitspaketen (AP) aufgestellt, mit dem neun oberflächenaktive Additive geprüft werden. Für einen repräsentativen Vergleich und zur Bewertung der Wirkung wurde je Mischgutsorte ein Referenzgemisch ohne Additiv mit untersucht. Die mit diesem Bericht vorgelegten Ergebnisse dokumentieren einen Zwischenstand, der bereits wichtige und interessante neue Erkenntnisse zu den Wirksamkeiten der oberflächenaktiven Additive liefert.

2 Untersuchungsmethoden

2.1 Charakterisierung der Baustoffe

Die für die Untersuchungen verwendeten Bindemittel (Bitumen 50/70 und PmB 25/55-55 A) wurden mit dem DSR anhand eines erweiterten Temperatur-Frequenz-Sweeps analog zur AL DSR – T-Sweep charakterisiert.

Von den für die Mischungen vorgesehenen Gesteinskörnungsfractionen wurden die Korngrößenverteilungen nach EN 933-1 und die Rohdichten gemäß EN 1097-6 ermittelt.

2.2 Verdichtungsversuche mit dem Gyrator

Die für die Untersuchungen im Gyrator wurden die Vorgaben in der DIN EN 12697 Teil 31, Herstellung von Probekörpern mit dem Gyrator berücksichtigt. Je Probekörper wurden 500 Gyratorumdrehungen (Gyrationen) zur Verdichtung angesetzt. Hiermit ist eine deutliche Überverdichtung zu erwarten, gleichzeitig ist aber auch bei vergleichsweise niedrigen Verdichtungstemperaturen noch mit einem hohen Verdichtungsgrad zu rechnen. Diese voraussichtliche Überverdichtung ist nicht als kritisch anzusehen, da die Probekörper nicht für weitere Untersuchungen (außer Raumdichtebestimmung) verwendet wurden.

Für die drei ausgewählten Asphaltgemische (SMA 8 S, AC 16 B S und AC 22 T S) wurden Erstprüfungen ohne Additiv erstellt (Referenzmischung). In Sinne einer umfanglichen und belastbaren Vergleichbarkeit wurden alle additivierten Gemische mit Ausnahme der Additivzugabe in das Bindemittel (somit gleiche Bindemittelgehalte) gleich zusammengesetzt sein.

Zur Überprüfung der Verarbeitbarkeit im Labor wurden alle Mischungen bei 2 verschiedenen Temperaturen gemischt (150 °C und 130 °C) und dann jeweils 3 Probekörper bei 5 bzw. 3 verschiedenen Temperaturen verdichtet:

Mischtemperatur 150 °C: Verdichtungstemperaturen: 150, 120, 100, 90, 80 °C

Mischtemperatur 130 °C: Verdichtungstemperatur: 130, 100, 80 °C.

2.3 Mastix-/Mörteluntersuchungen

Die Verdichtungseigenschaften eines Asphaltgemisches sind in hohem Maße von den rheologischen Eigenschaften des bitumenhaltigen Bindemittels und der darin homogen verteilten feinen Gesteinskörnung abhängig. Vor diesem Hintergrund wurde eine Methode gesucht, mit der die Rheologie solcher Mastix-/Mörtelmischungen im typischen Verdichtungstemperaturbereich geprüft werden kann. Die im Straßenbau üblichen Platte-Platte-Messgeometrien sind zwar im Gebrauchstemperaturbereich (bis 70 °C) noch recht gut anwendbar, aber bei Temperaturen von bis zu 150 °C sind solche Messsysteme nicht mehr sinnvoll.

Nach einigen Vorversuchen mit diversen Messgeometrien (z.B. Flügelrührer) wurde die mit Tabelle 1 beschriebene und in Abbildung 1 dargestellte geriffelte, zylindrische Messeinheit als gut geeignet ausgewählt.

Tab. 1: Prüfparameter des Mastix-Mörtel-DSR-Versuchs (MMV)

Messsystem	Geriffelter Zylinder (CC17/P6)
Prüfart	Weggesteuert/oszillierend
Behälterdurchmesser	32 mm
Prüfzylinderdurchmesser	20 mm
Prüftemperaturen	80 bis 150 °C
Prüffrequenz	0,1 / 0,3 / 1,0 / 1,59 / 3,0 / 5,0 / 10 Hz
Vorgegebene Deformation	0,1 %

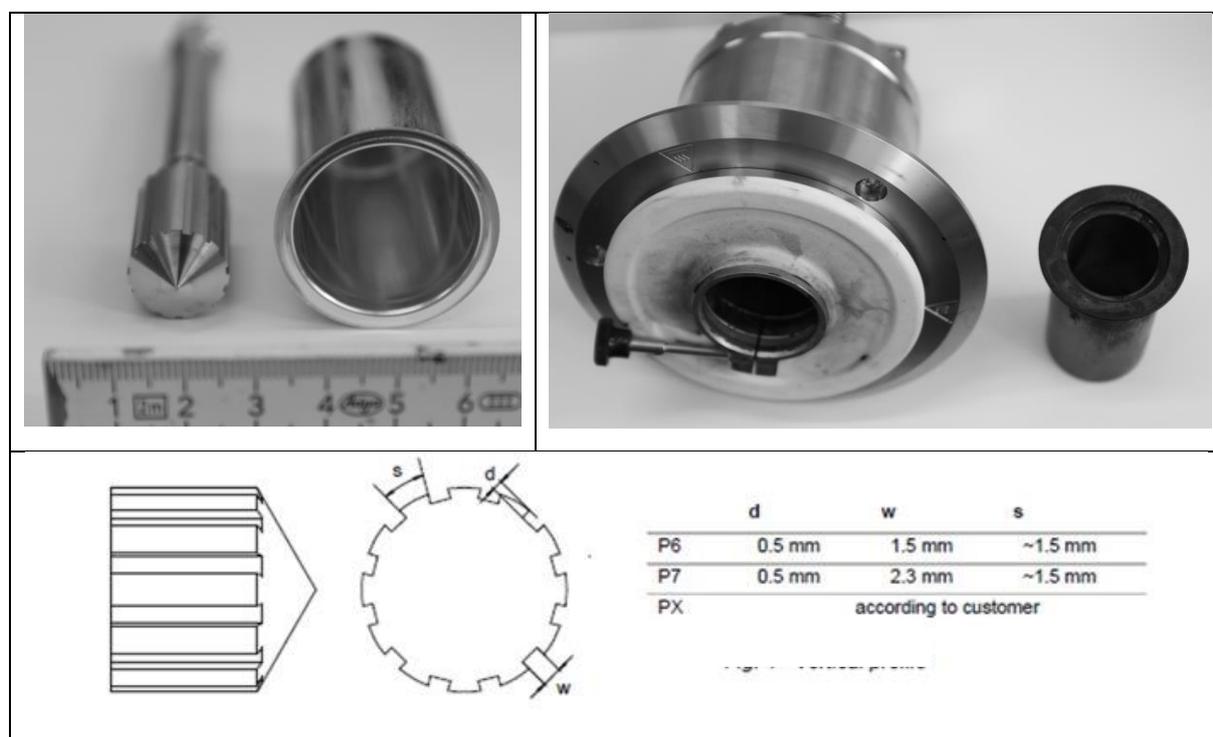


Abb. 1: DSR-Messeinrichtung zur Beurteilung von Mastix-/Mörtelmischungen

3 Ergebnisse der Untersuchungen

3.1 Mischgutzusammensetzungen (Erstprüfungen)

Es wurden drei Erstprüfungen für die Asphaltmischgutsorten AC 22 T S, AC 16 B S und SMA 8 S erstellt. Die hier dokumentierten Untersuchungsergebnisse wurden am Asphaltbindermischgut ermittelt. Die Mischgutrezepte ist in der Tab. 2 aufgeführt.

Tab. 2: Zusammensetzung der Asphaltgemische

Material / Eigenschaft	Einheit	AC 16 B S
Kornanteil < 0,063 mm	M.-%	6,4
Kornanteil 0,063 - 2 mm	M.-%	20,8
Kornanteil 2 – 5,6 mm	M.-%	20,7
Kornanteil 5,6 - 8 mm	M.-%	10,7
Kornanteil 8 – 11,2 mm	M.-%	17,1
Kornanteil 11,2 - 16 mm	M.-%	23,7
Kornanteil 16 – 22,4 mm	M.-%	0,6
Kornanteil > 22,4 mm	M.-%	-
Summe	M.-%	100
Bindemittelart		25/55-55 A
Bindemittelgehalt	M.-%	4,8
Zellulosefasern	M.-%	-
Hohlraumgehalt (MPK)	Vol.-%	4,4
Füller/Bitumen-Verhältnis	-	57/43

3.2 Rheologische Eigenschaften der Bindemittelgemische

Die rheologischen Untersuchungen im DSR wurden an den Ausgangsbindemitteln und an einem Gemisch mit dem oberflächenaktiven Additiv durchgeführt. Der Zugabeanteil Rediset LQ1200 zum Bindemittel betrug 0,5 M.-%.

Die Untersuchungen wurden in einem Temperaturbereich von 30 °C bis 150 °C und mit den Prüffrequenzen 0,1; 0,3; 1; 1,59; 3; 5 und 10 Hz durchgeführt. Die Abbildungen 2 bis 4 zeigen beispielhaft für diese Untersuchungsserie die Komplexen Schermodul und die Phasenwinkel des Bindemittelgemisches mit 25/55-55 A im Vergleich zum Ausgangsbindemittel bei den Prüffrequenzen 0,1 Hz, 1,59 Hz und 10 Hz.

Die Ergebnisse der Untersuchungen im DSR haben gezeigt, dass durch die Zugabe des Additivs Rediset LQ1200 beim PmB 25/55-55 A geringfügig höhere komplexe Schermoduln im Temperaturbereich bis etwa 120 °C bei 0,1 und 1,59 Hz erkennbar sind. Die Phasenwinkel liegen in diesem Temperaturbereich über den gesamten Frequenzbereich signifikant unter denen des unadditvierten 25/55-55 A.

Insbesondere der Verlauf der Phasenwinkel lassen vermuten, dass der Zusatz Rediset LQ1200 einen Einfluss auf die Wirksamkeit des polymeren Netzwerkes im Bitumen hat.

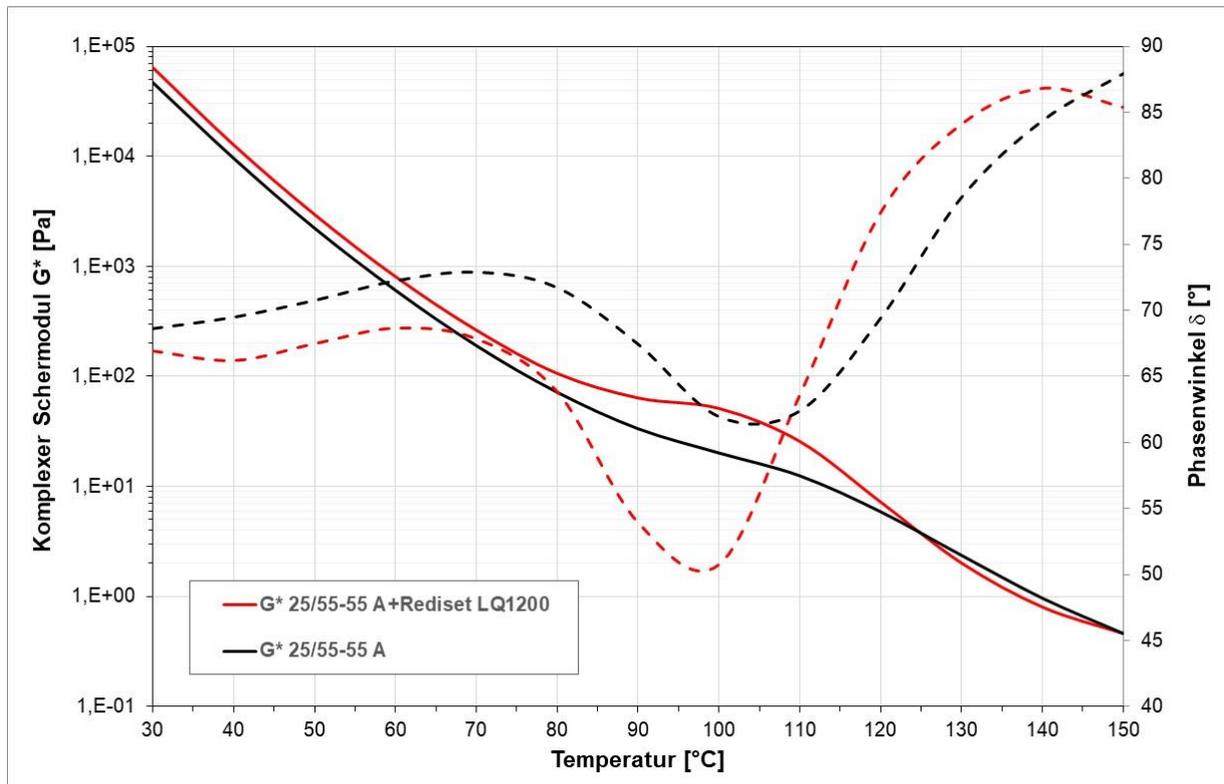


Abb. 2: Komplexer Schermodul und Phasenwinkel der Bindemittelgemische mit 25/55-55 A, 0,1 Hz

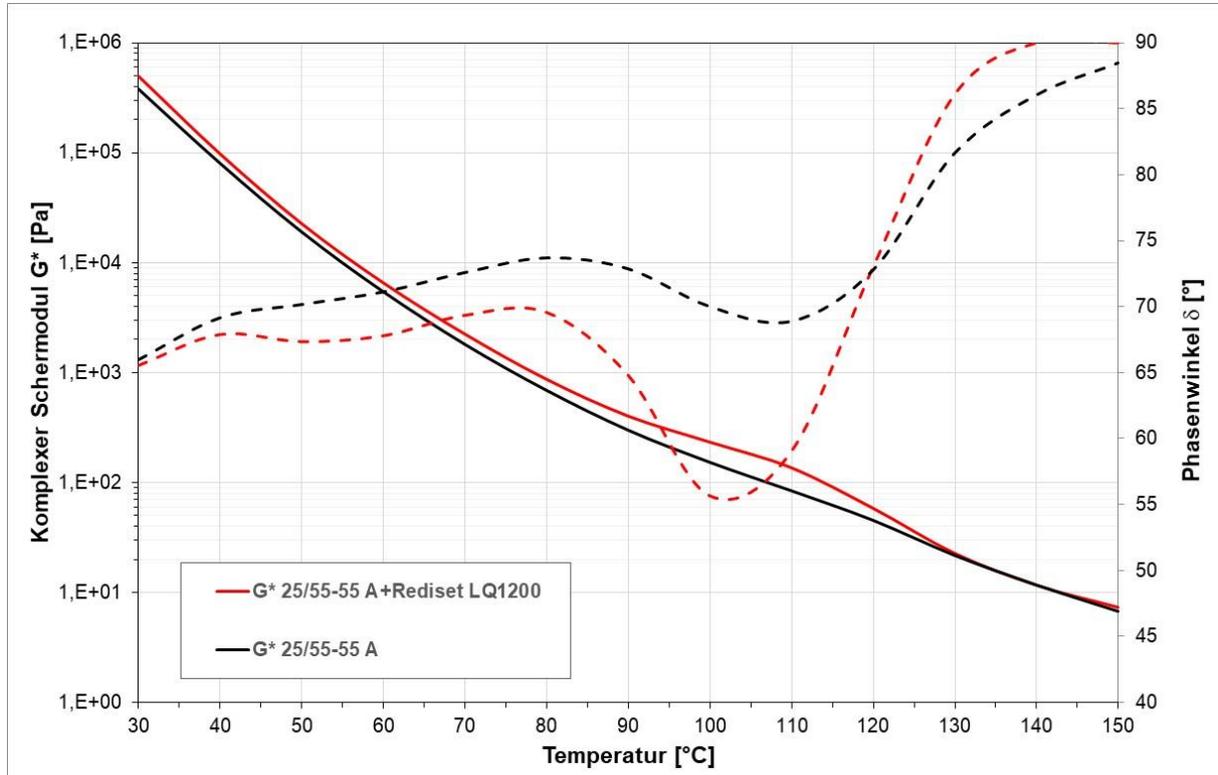


Abb. 3: Komplexer Schermodul und Phasenwinkel der Bindemittelgemische mit 25/55-55 A, 1,59 Hz

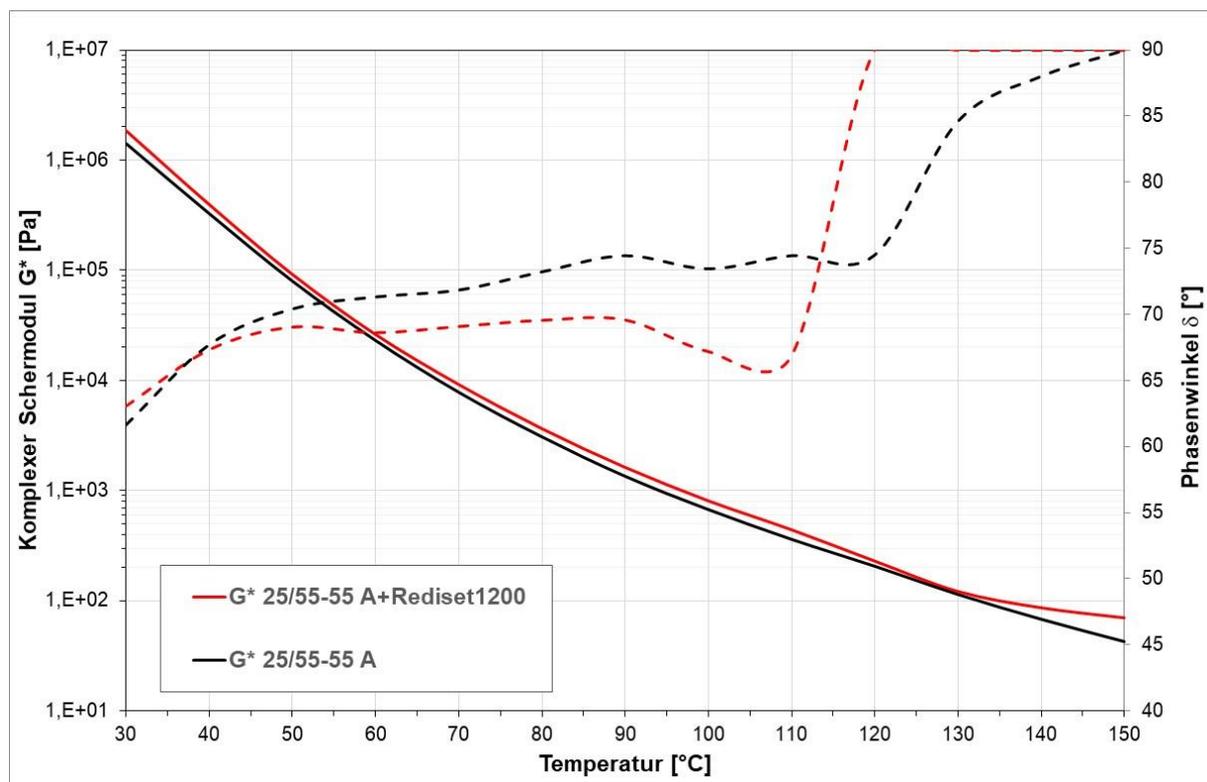


Abb. 4: Komplexer Schermodul und Phasenwinkel der Bindemittelgemische mit 25/55-55 A, 10 Hz

3.3 Ergebnisse der Mastixuntersuchungen

Die Mastixuntersuchungen wurden mit den in der Tab. 3 aufgeführten Zusammensetzungen durchgeführt. Dabei hat sich gezeigt, dass die Mastixmischung 1 einen zu hohen Fülleranteil für die Untersuchungsmethode aufweist. Die Untersuchungen mit der Mastixmischung M2 zeigt dagegen gleichmäßige und plausible Ergebnisse.

Tab. 3: Zusammensetzung der Asphaltgemische

	Mastix 1 (M1)	Mastix 2 (M2)	Mastix 3 (M3)
Massenanteil Füller	62,0 M.-%	56,0 M.-%	55,0 M.-%
Massenanteil 50/70	38,0 M.-%	-	45,0 M.-%
Massenanteil 25/55-55 A		44,0 M.-%	-

Mit der in Kapitel 2.3 beschriebene Prüfung im DSR an der Mastixmischung M2 konnte gezeigt werden, dass die Prüffrequenz und die Temperatur einen deutlichen Einfluss auf die Steifigkeiten des Mastixgemisches haben. Der Abb. 5 sind die Verläufe der Steifigkeiten des Mastixgemisches M2 mit dem Bindemittel 25/55-55 A ohne Additiv in Abhängigkeit von der Temperatur und der Frequenz zu entnehmen.

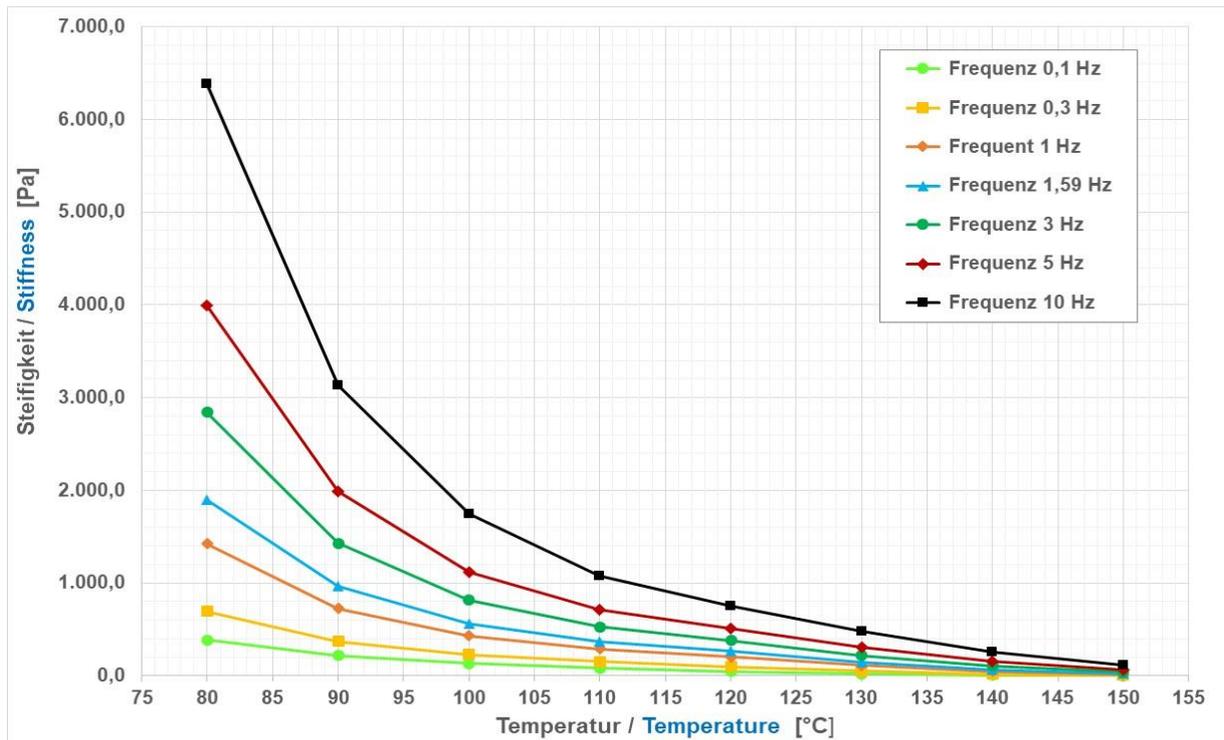


Abb. 5: Steifigkeiten des Referenzmastix mit 25/55-55 A, M2

Die Additivierung der Mastixmischung mit Rediset LQ1200 (0,5 M.-% in das Bindemittel) hat ergeben, dass eine deutliche Reduzierung der gemessenen Steifigkeiten auftritt. Es lässt sich dabei feststellen, dass die Wirkung mit abnehmender Prüffrequenz zunimmt bzw. deutlicher erkennbar wird. Dies verdeutlichen die Abb. 6 bis 8.

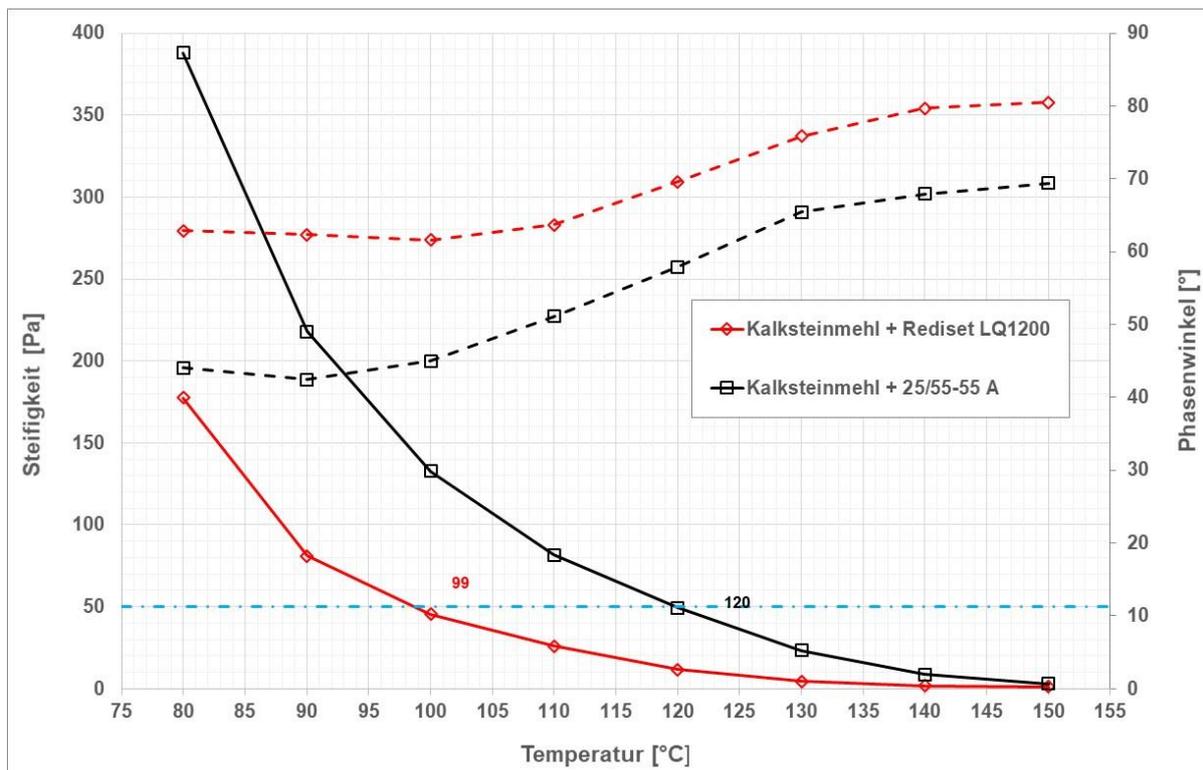


Abb. 6: Steifigkeiten und Phasenwinkel der Mastixmischungen im Vergleich bei 0,1 Hz, M2

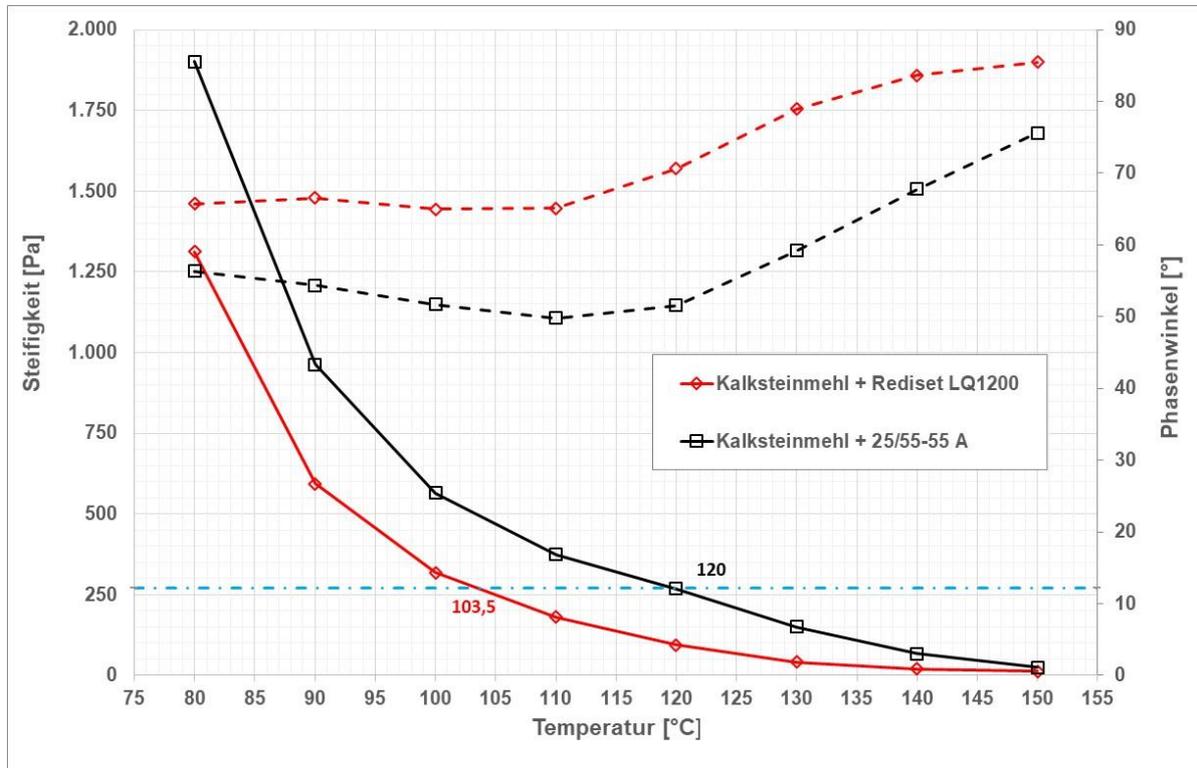


Abb. 7: Steifigkeiten und Phasenwinkel der Mastixmischungen im Vergleich bei 1,59 Hz, M2

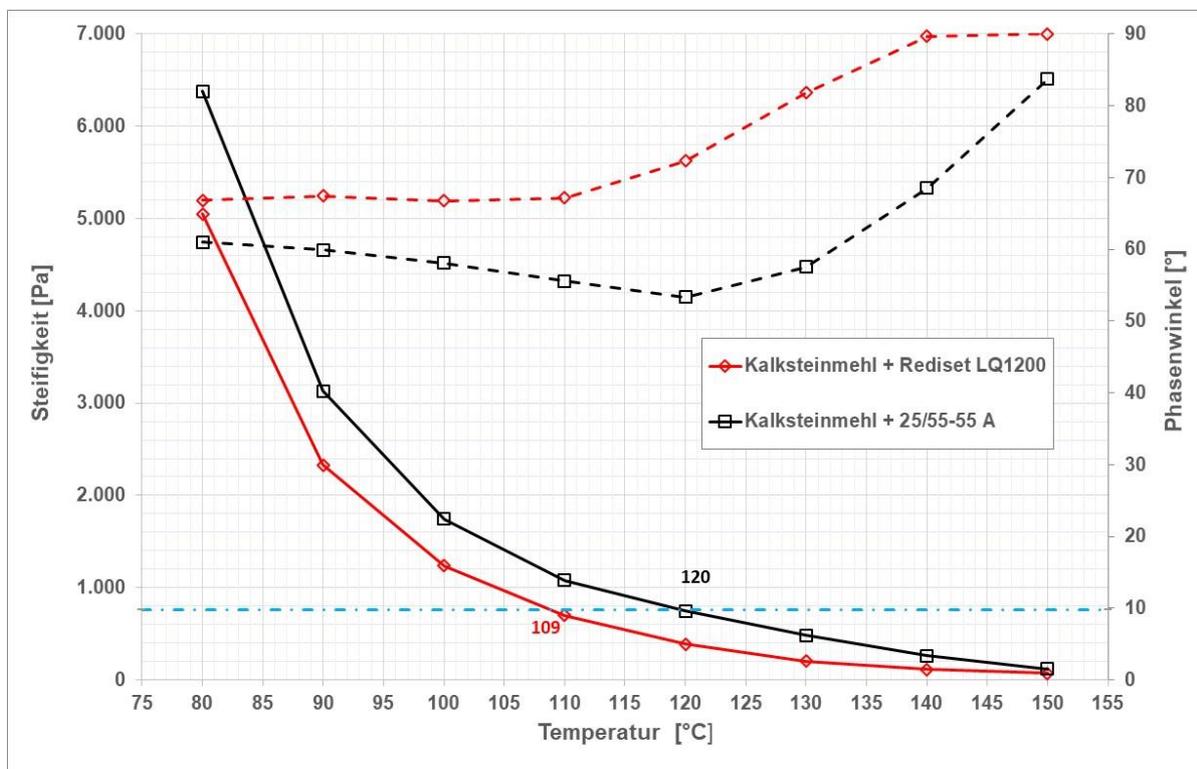


Abb. 8: Steifigkeiten und Phasenwinkel der Mastixmischungen im Vergleich bei 10 Hz, M2

Anhand der in die Abbildungen 6 bis 8 eingetragenen horizontalen Linie (Steifigkeit des Referenzmastix bei 120 °C) lässt sich der Temperatureffekt des Additivs in einer Mastixmischung abschätzen, die hier frequenzabhängig zwischen 11 und 21 Kelvin schwankt.

3.4 Ergebnisse der Verdichtungsversuche im Gyrator

Um den Endverdichtungsbereich der Asphaltgemische mit hoher Sicherheit zu erreichen, wurden alle Verdichtungsversuche mit 500 Gyratorumdrehungen (Gyrationen) durchgeführt. Die Einwaagen wurden mit höchstmöglicher Genauigkeit eingestellt, um bei jedem Probekörper mit Hilfe einer einheitlichen Starthöhe eine identische Vorverdichtung zu gewährleisten. Mit Hilfe der Veränderung der vom Verdichtungsgerät aufgezeichneten Probenhöhen in Abhängigkeit von der Anzahl der Gyrationen wurde mit der Einwaage die zu den Probenhöhen korrespondierenden Dichten zu berechnen. Diese so errechneten Dichten sind aufgrund der Temperatur 80 bis 150 °C nicht mit den nach Prüfnorm zu bestimmenden Raumdichten (bei Raumtemperatur) vergleichbar. Daher wurde an jedem Probekörper die Raumdichte mit dem Tauchwägeverfahren ermittelt, mit der wiederum aus dem Quotienten mit der Enddichte nach 500 Gyrationen einen Umrechnungsfaktor gebildet wurde (für jede Probe ein separater Faktor). Die so berechneten Raumdichtenveränderungen infolge der Gyrationen sind in den Abbildungen 9 bis 11 für die Mischtemperatur 130 °C und die Verdichtungstemperaturen 130, 100 und 80 °C aufgetragen.

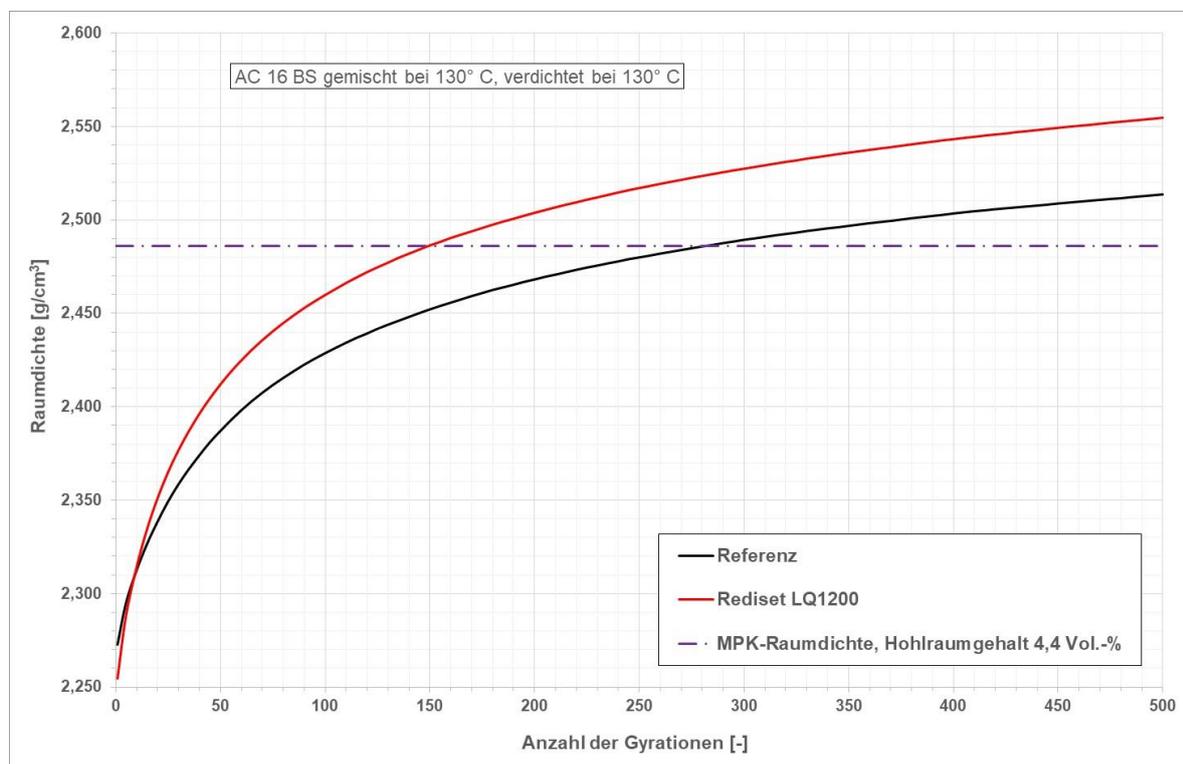


Abb. 9: Verdichtungskurven der AC 16 B S Varianten – 130 °C Mischtemperatur und 130 °C Verdichtungstemperatur

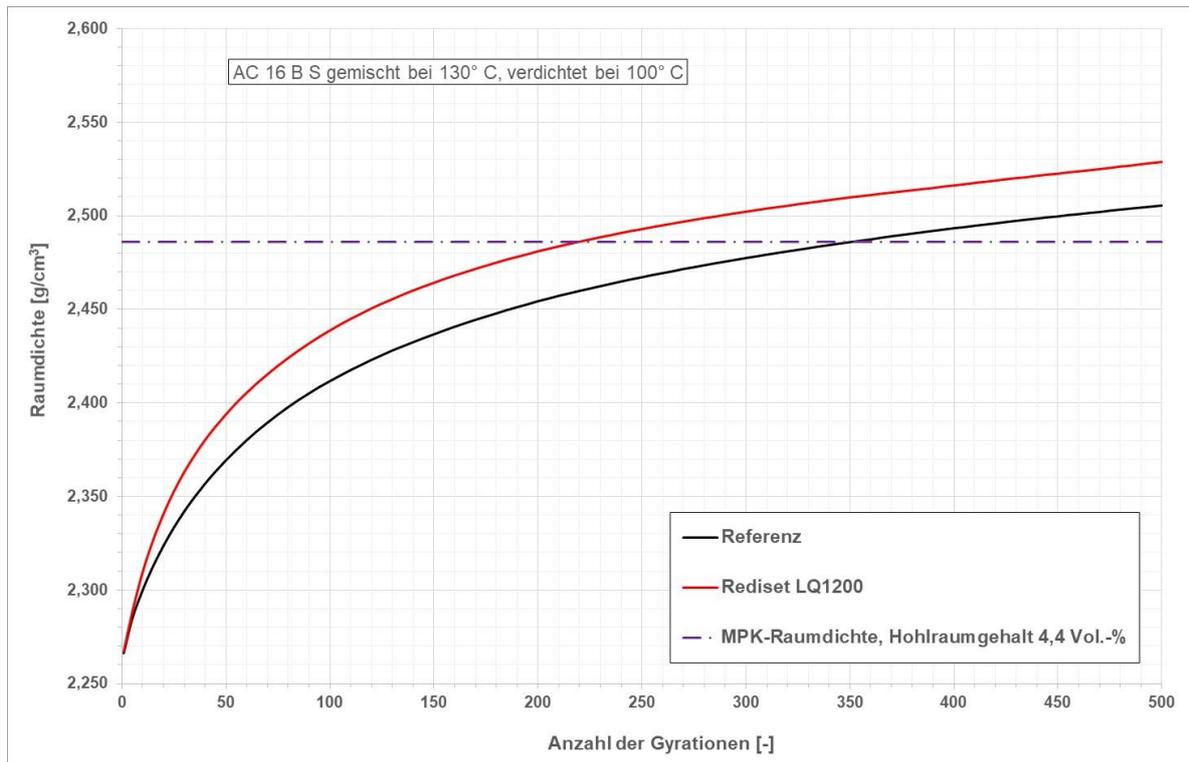


Abb. 10: Verdichtungskurven der AC 16 B S Varianten – 130 °C Mischtemperatur und 100 °C Verdichtungstemperatur

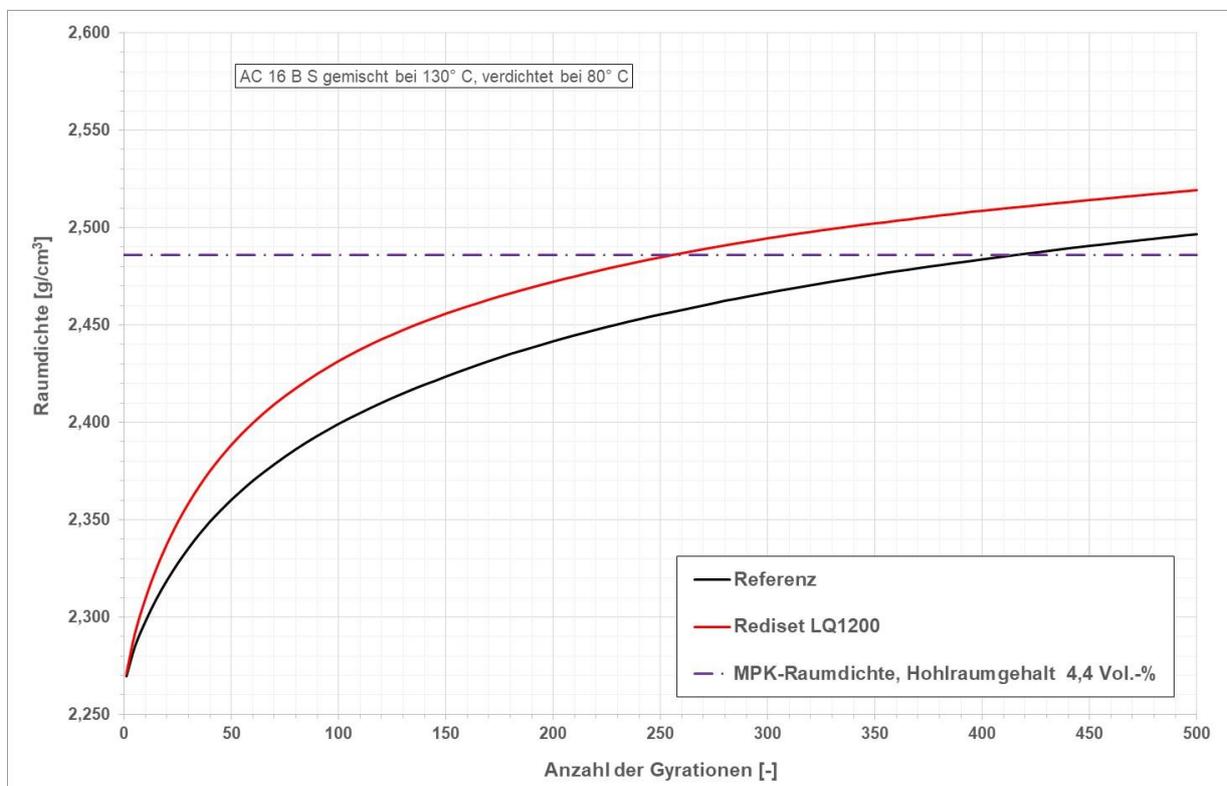


Abb. 11: Verdichtungskurven der AC 16 B S Varianten – 130 °C Mischtemperatur und 80 °C Verdichtungstemperatur

Bei allen drei Verdichtungstemperaturen von 130, 100 und 80 °C sind deutliche Vorteile der additivierten Mischgutvarianten im Verdichtungsverhalten erkennbar.

4 Bewertung der Laborergebnisse

Die hier vorgestellten Untersuchungsergebnisse haben gezeigt, dass das oberflächenaktive Additiv Rediset LQ1200 beim Polymermodifizierten Bitumen 25/55-55 A einen leichten Einfluss auf den Komplexen Schermodul und den Phasenwinkel hat.

Mit zwei weiteren Untersuchungsmethoden sollte der Nachweis einer Wirkung des Additivs auf das Verarbeitungsverhalten erfolgen. Zum einen wurden oszillierende Untersuchungen im DSR an Mastixmischungen durchgeführt und zum anderen wurde das Verdichtungsverhalten von Asphalt bei einer Gyratorverdichtung untersucht.

Mit beiden Methoden konnte eine teilweise deutliche Wirkung des Additivs auf das Verarbeitungsverhalten gezeigt werden. Die Ergebnisse der Mastixuntersuchungen deuten darauf hin, dass die Wirkung frequenzabhängig ist. Bei sehr hohen Frequenzen scheint die Wirkung geringer zu sein, sodass vermutlich der größte Effekt bei einer Verdichtung mit statischen Walzen zu erwarten ist. Die Wirkung des Additivs scheint über den betrachteten Temperaturbereich (80 bis 130 °C) etwa konstant zu sein.

Anhand der Mastixuntersuchungen lässt sich ein Temperaturminderungspotenzial von bis zu 21 Kelvin erkennen. Der Versuch, dies auch aus den Verdichtungsergebnissen mit dem Gyrator abzuleiten, lässt auf der Basis der bisher vorliegenden Werte noch keine eindeutige Quantifizierung zu. Die Abbildung 12 zeigt die Raumdichten der Proben nach 280 Gyrationen (entspricht der MPK-Raumdicke der Referenzvariante bei 130 °C Verdichtungstemperatur) in Abhängigkeit von der Verdichtungstemperatur. Hiernach müsste das Temperaturminderungspotenzial deutlich höher als 21 Kelvin sein. Grundsätzlich zeigt auch diese Abbildung die verdichtungsfördernde Wirkung des Additivs deutlich.

Der insgesamt positive Nachweis der Wirkung des Additivs Rediset LQ1200 auf das Verarbeitungsverhalten von Walzasphalt sollte Anlass sein, im nächsten Schritt von der Laborebene in die Praxisebene zu wechseln und eine Erprobungsstrecke/Pilotstrecke anzulegen, um hiermit die Wirkung auf großtechnischer Ebene zu überprüfen. Obwohl die Veränderungen des rheologischen Verhaltens des Polymermodifizierten Bitumens bei Zugabe des Additivs nur gering sind, sollte dieser Einfluss anhand von geeigneten Asphalt-Performanceuntersuchungen untersucht werden.

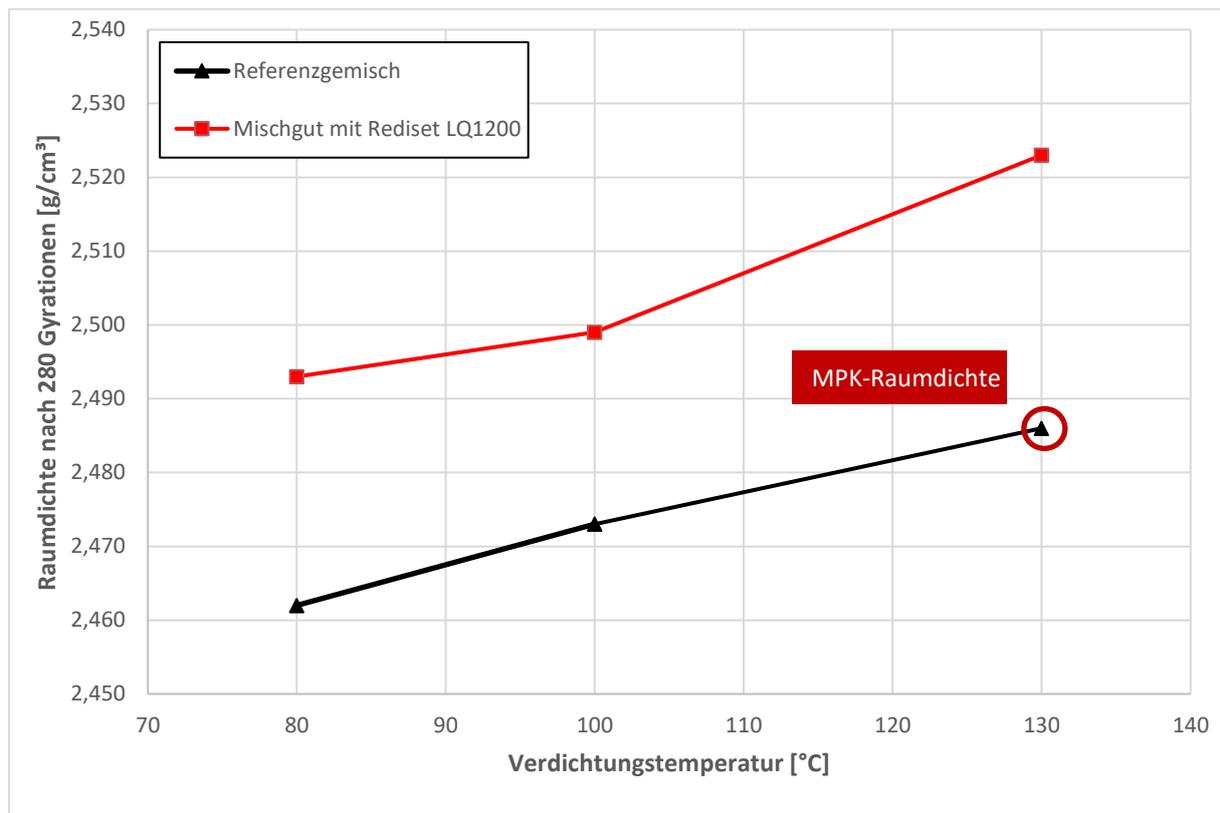


Abb. 12: Raumdichten nach 280 Gyrationen in Abhängigkeit von der Verdichtungstemperatur

Prof. Dr.-Ing. M. Radenberg