

Diploma Thesis

Quantification of the Bitumen Microstructure – Crucial Parameters before and during Observation

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

DIPLOMARBEIT

Quantifizierung der Bitumen Mikrostruktur – Wichtige Parameter vor und während der Beobachtung

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

von

Christina Niszl, BSc.

Matr.Nr.: 01326299

unter der Anleitung von

Univ. Prof. Dipl.-Ing. Dr.techn. **Bernhard Hofko**

Dipl.-Ing. Dr.techn. **Johannes Mirwald**

Institut für Verkehrswissenschaften
Christian Doppler Labor für Chemo-Mechanische Analyse von bituminösen Stoffen
Technische Universität Wien,
Karlsplatz 13/E230-3, A-1040 Wien

Wien, im Feber 2023

Danksagung

Ich möchte mich an dieser Stelle bei allen bedanken, die mich während meiner Studienzeit und speziell bei der Erstellung dieser Diplomarbeit, unterstützt haben.

Besonders bedanken möchte ich mich bei Univ. Prof. Dipl.-Ing. Dr.techn. Bernhard Hofko für die Möglichkeit, dass ich meine Diplomarbeit im Institut für Verkehrswissenschaften ausarbeiten durfte.

An dieser Stelle möchte ich mich herzlich bei meinem Diplomarbeitsbetreuer Dipl.- Ing. Dr.techn. Johannes Mirwald bedanken, der mich bei allen Fragestellungen unterstützt hat.

Ebenfalls möchte ich mich bei meinen Eltern und Geschwistern bedanken, die mich auf meinem Weg bis zu diesem Abschluss immer begleitet, unterstützt und die stets ein offenes Ohr für mich hatten.

Mein größter Dank gilt meinem Freund Stefan, für seine aufbauenden Worte und dass er mich bei jedem Schritt in meinem Leben unterstützt.

Danke auch an Dipl.- Ing. Arbër Shima, meinem langjährigen Studienkollegen, der mich meine gesamte Studienzeit begleitet und mich immer motiviert hat.

Kurzfassung

Bitumen ist eines der wichtigsten Materialien im Straßenbau, wo es als Bindemittel im Asphalt, sowie auch im Hochbaubereich als Dachabdichtung eingesetzt wird. Bitumen wird als Produkt in der Vakuumdestillation bei der Verarbeitung von Erdöl gewonnen. Seine chemische Zusammensetzung ist daher sehr komplex und schwer vereinfacht darzustellen.

Die Charakterisierung von Bitumen erfolgt vor allem durch die Ermittlung mechanischer Eigenschaften. Die wichtigsten Prüfmethode in diesem Zusammenhang sind die Nadelpenetration zur Ermittlung des Härtegrades, der Erweichungspunkt nach Ring und Kugel sowie das rheologische Verhalten mittels Dynamischen Scherrheometer. Für diese Prüfungen sind in der Regel bestimmte Menge Bitumen und Zeit erforderlich. Die Charakterisierung über die Mikrostruktur bietet viele Vorteile gegenüber den klassischen mechanischen Methoden. Neben der schnelleren Methode sind auch geringere Bitumenmengen erforderlich. Außerdem könnten durch die Mikrostruktur noch weitere Informationen wie zum Beispiel die Rohölquelle oder der Raffinerie-Prozess ermittelt werden.

Die Analyse der Mikrostruktur von Bitumen bietet eine vielversprechende Alternative zur Materialcharakterisierung, da das Material von einer alternativen Perspektive betrachtet wird. Diese Mikrostruktur wurde bereits mit unterschiedlichen Methoden (z.B. Rasterkraftmikroskop) untersucht. Einige Nachteile bei der Rasterkraftmikroskopie sind die Kosten der Anlage sowie der höhere Zeitaufwand eine Aufnahme zu generieren. Dies stellt in beiderlei Hinsicht einen signifikanten Vorteil der optischen Lichtmikroskopie dar.

Um die Erforschung der Mikrostruktur voranzutreiben, wurde in dieser Diplomarbeit versucht, ein Standardverfahren zur Untersuchung der Mikrostruktur mit Hilfe eines Lichtmikroskops zu entwickeln. Zunächst wurden verschiedene Parameter für die Probenvorbereitung untersucht und deren Einfluss evaluiert. Zu den untersuchten Parametern zählen die Heizplattenliegedauer, Heizplattentemperatur oder der optimale Zeitpunkt der Bildaufnahme.

Im späteren Verlauf der Arbeit wurden die unterschiedlichen Bitumensorten mit den optimierten Prüfparametern untersucht. Unter anderem wurde untersucht, ob sich die Mikrostruktur mit der Zeit verändert und welchen Einfluss die unterschiedlichen Rohölquellen auf die Mikrostruktur haben. Dies sollte aufzeigen, ob sich unterschiedliche Bitumensorten mittels optischer Mikroskopie differenzieren lassen. Weiters wurden gealterte Bitumenproben auf ihre Differenzierbarkeit zu ungealterten Proben untersucht.

Eine finale grundlagenforschungsnahe Frage über den Ursprung der Mikrostruktur wurde abschließend kurz behandelt. Hierfür wurden diverse Bitumen in ihre Einzelkomponenten (Maltene und Asphaltene) aufgetrennt, mittels Mikroskopie untersucht und im Anschluss wieder zusammengefügt. Dabei konnte festgestellt werden, dass sich auch bei den Maltenen eine Mikrostruktur ausbildet, welche sich aber mit der Zugabe von Asphaltene wieder verändert.

Diese Untersuchungen sollen als Basis dienen, Bitumenmikrostrukturuntersuchungen mit guter Reproduzierbarkeit zu gewährleisten, was letztendlich die Türen zu wichtigen wissenschaftlichen Fragestellungen öffnen soll.

Abstract

Bitumen is one of the most important materials in road engineering, where it is used as a binder in asphalt pavements, as well as in roofing membranes for applications such as sealing or waterproofing. Bitumen is obtained as a product in vacuum distillation during petroleum processing. Its chemical composition is therefore very complex and difficult to simplify.

The characterisation of bitumen is mainly done by determining mechanical properties. Methods like the needle penetration test to determine the degree of hardness, the determination of its softening point via the ring and ball test or the rheological properties via the dynamic shear rheometer can be deployed. These tests require a certain amount of bitumen and are time consuming. Characterisation by microstructure offers many advantages over classical methods. Besides the faster method, smaller amounts of bitumen are required. In addition, the microstructure could be used to determine even more information, such as the crude oil source or the refinery process.

The microstructure of bitumen offers a promising alternative to material characterisation, as the material is viewed from an alternative perspective. This microstructure has already been studied using different methods (e.g. atomic force microscope). A disadvantage of atomic force microscopy is the cost of the equipment and the higher time required to generate an image. This is a significant advantage of optical light microscopy in both respects.

In order to advance research into microstructure, this thesis attempted to develop a standard procedure for examining microstructure using a light microscope. First, various parameters for sample preparation were investigated and their influence evaluated. The parameters investigated include the time spent on the heating plate, heating plate temperature or the optimal time for image acquisition (resting time).

In the later course of the work, the different bitumen types were examined with the optimised test parameters. Among other things, it was investigated whether the microstructure changes over time and what influence the different crude oil sources have on the microstructure. This was to evaluate whether different bitumen types can be differentiated by optical microscopy. Furthermore, aged bitumen samples were examined for their differentiability from unaged samples.

A final fundamental research-related question about the origin of the microstructure was briefly addressed. For this purpose, various bitumen were separated into their individual components (maltenes and asphaltenes), examined by microscopy and then reassembled. It was found that only the maltenes form a microstructure, but that this structure changes again with the addition of asphaltenes.

These investigations should serve as a basis for bitumen microstructure investigations with good reproducibility, which should ultimately open the door to important scientific questions.

Inhaltsverzeichnis

1	THEORETISCHE GRUNDLAGEN	7
1.1	Bitumen.....	7
1.1.1	Definition.....	7
1.1.2	Geschichte	7
1.1.3	Herstellung von Bitumen.....	7
1.1.4	Klassifizierung.....	8
1.1.5	Bitumenalterung	9
1.1.6	Aufbau und Struktur von Bitumen.....	11
1.2	Beurteilung der Bitumenmikrostruktur anhand unterschiedlicher Mikroskopie-Verfahren	15
1.2.1	Rasterkraftmikroskopie (AFM).....	15
1.2.2	konfokales Laser-Scanning-Mikroskop (CLSM).....	15
2	MATERIALIEN & PRÜFMETHODEN.....	16
2.1	Materialien.....	16
2.2	Das Mikroskop.....	16
2.2.1	Funktionsweise.....	16
2.2.2	Mikroskopische Kontrastverfahren	17
2.2.3	Verwendetes Mikroskop	18
2.3	SARA – Fraktionierung und Rückvermischung.....	19
2.4	Abgeschwächte Total Reflektion (ATR) Fourier Transformation Infrarot Spektroskopie (FTIR).....	21
2.4.1	Grundprinzip.....	21
3	Gewähltes Prüfverfahren und Prüfparameter	23
3.1	Primäre Probenvorbereitung.....	23
3.1.1	Probenvorbereitung und Versuchsdurchführung „Studie Heizplattenliegedauer“	24
3.1.2	Probenvorbereitung und Versuchsdurchführung „Temperaturstudie“	24
3.1.3	Probenvorbereitung und Versuchsdurchführung „Kalt vs. Heizplatte“	24
3.1.4	Probenvorbereitung und Versuchsdurchführung „Durchrührversuch“	25
3.1.5	Probenvorbereitung und Versuchsdurchführung „Studie Ofen“	25
3.1.6	Probenvorbereitung in der Silikonform	26
3.2	Gewählte Probenvorbereitung.....	27
3.3	Bildaufnahme.....	30
3.4	Bildauswertungen.....	31

4	Ergebnisse und Interpretation.....	32
4.1	Vorversuche	32
4.1.1	Optimaler Zeitpunkt der Bildaufnahme.....	32
4.1.2	Studie Heizplattenliegedauer.....	32
4.1.3	Temperaturstudie.....	38
4.1.4	Studie „Kalt vs. Heizplatte“	39
4.1.5	Studie zum Durchrührversuch	41
4.1.6	Studie Ofen.....	42
4.1.7	Probenvorbereitung in der Silikonform	43
4.2	Hauptstudien	44
4.2.1	Bitumensorten.....	44
4.2.2	Zeitstudie.....	48
4.2.3	Alterungsstudie.....	57
4.2.4	Malten- und Asphaltstudie	64
4.2.5	Deckglas Studie	68
5	Zusammenfassung	70
6	Literaturverzeichnis.....	71
7	Abbildungsverzeichnis.....	73
8	Tabellenverzeichnis	77
9	Anhang	1
9.1	Anhang zur Bildauswertung.....	1
9.2	Anhang zur Studie Heizplattenliegedauer	5
9.3	Anhang zur Malten- und Asphaltstudie	14

1 THEORETISCHE GRUNDLAGEN

1.1 Bitumen

Bitumen ist ein dunkles, zähflüssiges Produkt, das im Erdölraffinerieprozess gewonnen wird. Aufgrund seiner temperaturabhängigen viskoelastischen Eigenschaften findet es besonders in vielen Bereichen der Bauindustrie (Straßenbau, Abdichtungsarbeiten, ...) seinen Einsatz. Hier wird es hauptsächlich als Bindemittel im Asphalt, sowie als Abdichtmasse im Dachabdichtungssektor und Dammabdichtungssektor eingesetzt.

1.1.1 Definition

Bitumen ist ein nahezu nichtflüchtiges, klebriges und abdichtendes erdölstämmiges Produkt, das auch in Naturasphalt vorkommt und das in Toluol vollständig oder nahezu vollständig löslich ist. Bei Umgebungstemperatur ist es hochviskos oder nahezu fest. [1]

1.1.2 Geschichte

Der früheste Nachweis für die Verwendung von Bitumen durch den Menschen stammt aus dem El-Kowm-Becken in Syrien. Dort wurden Werkzeuge gefunden, auf deren Griffe Bitumen aufgetragen wurde. Diese Werkzeuge sind auf ca. 180 000 Jahre datiert. Auch in der Bibel finden sich Anzeichen von einer frühen Verwendung von Bitumen. So wird beispielsweise von einer Abdichtung mit „Pech“ an der Arche Noah berichtet. Die Ägypter haben Bitumen ebenfalls schon sehr lange eingesetzt. Sie haben ihre Mumien damit einbalsamiert. [2]

Die erste Erwähnung von Bitumen im Straßenbau stammt von Nabopolassar, dem Gründer des Neubabylonischen Reiches (625 – 604 v. Chr.). Im Laufe der Zeit verschwand Bitumen aus dem Straßenbau. Erst zu Beginn des 19. Jahrhunderts wurde es wiederentdeckt. Mit der Entwicklung der Vakuumdestillation in den 1910er Jahren sank die Verwendung von Naturasphalt sehr stark und es wird seither beinahe ausschließlich industriell hergestelltes Bitumen verwendet. [2]

1.1.3 Herstellung von Bitumen

Heute wird Bitumen im Wesentlichen durch die Destillation von Rohöl gewonnen. Das typische Destillationsverfahren besteht darin, dass zunächst die leichten Komponenten durch atmosphärische Destillation bei typischerweise 350 °C vom Rohöl abgetrennt werden. In einem zweiten Schritt wird der Rückstand aus der atmosphärischen Destillation bei einer etwas höheren Temperatur (350 - 425 °C), aber unter Vakuum weiter raffiniert. Bitumen ist dann der Vakuumrückstand des Rohöls (siehe Abb. 1)

Das so hergestellte Bitumen wird als Destillationsbitumen oder auch Straight-Run-Bitumen bezeichnet. [2]

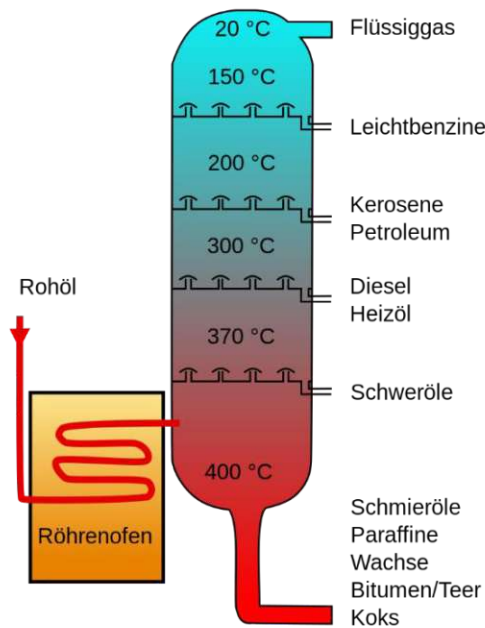


Abb. 1: Rektifikationskolonne [3]

1.1.4 Klassifizierung

Die Klassifizierung von Straßenbaubitumen erfolgt in Europa durch die Nadelpenetration. Das Prüfverfahren der Nadelpenetration ist in der ÖNORM EN 1426 festgelegt. Dabei wird die Eindringtiefe einer genormten Nadel (100 g) in die temperierte Untersuchungsprobe (25°C) bei einer Belastungsdauer von 5 Sekunden gemessen. Die Ergebnisse werden in 1/10 mm angegeben. Abb. 2 zeigt die schematische Darstellung des Prüfverfahrens für die Nadelpenetration. [4]

Ein Bitumen der Sorte 70/100 weist eine Spannweite der Nadelpenetration zwischen 70 und 100 1/10 mm auf. Die Nadelpenetration ist ein wichtiges Maß für die Härte eines Bitumens. So ist ein Bitumen der Sorte 50/70 härter als ein Bitumen der Sorte 160/220.

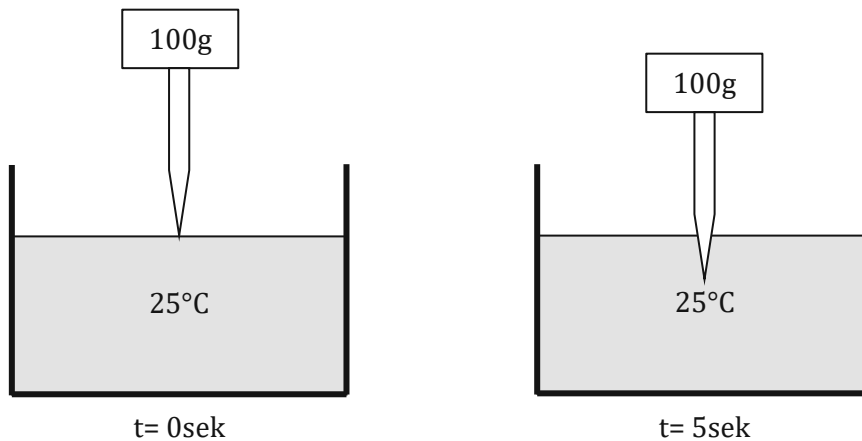


Abb. 2: Schemaskizze Prüfverfahren Nadelpenetration

Neben dem bekannten Straßenbaubitumen kann auch noch in polymermodifizierte Bitumen unterschieden werden.

Unter Polymermodifiziertem Bitumen versteht man Bitumen, dem polymere Werkstoffe (vorwiegend Thermoplaste, ca. 3 bis 5 M.-%) zugegeben werden. Diese Zusätze beeinflussen vor

allem das Temperatur-Viskositäts-Verhalten von Bitumen (z.B. Anstieg des Erweichungspunktes – Verschiebung der Konsistenz zu einem härteren Bitumen) [5]

1.1.5 Bitumenalterung

Wie auch andere organische Stoffe altert Bitumen mit der Zeit. Dabei verändert sich die chemische Struktur bzw. molekulare Zusammensetzung, da das Material oxidiert. Das Bitumen wird spröder und neigt häufiger zu Rissen. Die wesentlichsten Einflussfaktoren auf die Alterung stellen neben erhöhter Temperatur und UV-Strahlung, der Luftsauerstoff, bzw. reaktive Sauerstoffspezies Wasser und die Verkehrsbelastung dar. [5], [6]

Die Bitumenalterung kann nach Alterungsstufen und Alterungsmechanismen unterschieden werden.

1.1.5.1 Alterungsstufen

Bitumen kann, wie in Abb. 3 dargestellt, zeitlich in drei Alterungsstufen eingeteilt werden:

- Ungealtertes Bitumen

Der ungealterte Zustand, auch als Frischbitumen bezeichnet, ist unverwendetes gebrauchsfertiges Bitumen aus der Raffinerie. [6]

- Kurzzeitgealtertes Bitumen

Der kurzzeitgealterte Zustand soll den Bitumentransport zum Asphaltmischwerk, die Heißlagerung, Pumpvorgänge, das Mischen mit Mineralstoffen, den Asphalttransport zur Baustelle und den Mischguteinbau abbilden. [6]

- Langzeitgealtertes Bitumen

Der langzeitgealterte Zustand vereint die Kurzzeitalterung mit einer langjährigen Liegedauer auf der Straße. Der langzeitgealterte Zustand ist nach 5 bis 10 Jahren Liegedauer erreicht. Eine genauere Angabe ist aufgrund der Abhängigkeit von den Umweltbedingungen nicht möglich. [6]

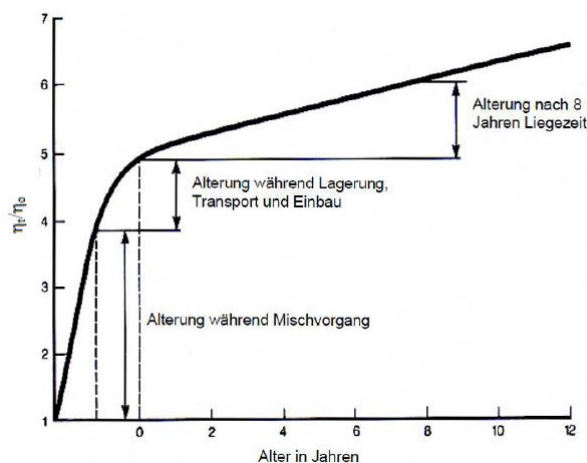


Abb. 3: Schematische Darstellung des Alterungsverlaufs [6]

1.1.5.2 Laboralterung

Der natürliche Alterungsprozess nimmt viel Zeit in Anspruch. Daher wird, zur Untersuchung von gealtertem Bitumen im Labor, das Bitumen künstlich gealtert. Es gibt verschiedene Alterungsmethoden. Zu den verbreitetsten Methoden zählt die Alterung mittels RTFOT (Rolling Thin Film Oven Test) zur Kurzzeitalterung sowie der PAV (Pressure Ageing Vessel) zur Langzeitalterung des Materials.

1.1.5.2.1 RTFOT (Rolling Thin Film Oven Test)

Die Kurzzeitalterung wird durch den RTFOT (Rolling Thin Film Oven Test) Vorgang abgebildet (siehe Abb. 4). Sie soll die Alterung während des Mischens und Transports von Bitumen simulieren. Die RTFOT-Alterung wird in der ÖNORM 12607-1 beschrieben.

Es werden acht Glasbehälter mit jeweils $35 \pm 0,5$ g Bitumen befüllt. Diese werden im Anschluss horizontal im Drehgestell des Ofens fixiert. Das Drehgestell wird mit 15 Umdrehungen in 60 ± 1 sek bei einer Temperatur von 163°C rotiert. Durch die horizontale Rotation im erwärmten Ofen entsteht eine dünne, aber große Oberfläche.

Eine ergänzende Luftzufuhr verstärkt die oxidative Alterung zusätzlich. Der Luftstrom ist auf einen Durchfluss von $4,0 \pm 0,2$ l/min einzustellen. Nach 75min ist der RTFOT-Vorgang beendet und das Bitumen kann für weitere Testungen aus den Glasbehältern entnommen werden. [7]

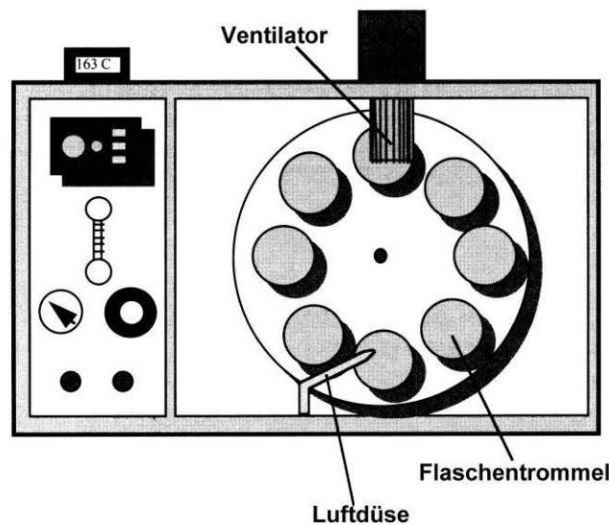


Abb. 4: Schematische Darstellung der RTFOT-Alterung [8]

1.1.5.2.2 PAV (Pressure Ageing Vessel)

Die Langzeitalterung wird durch den PAV (Pressure Ageing Vessel) Vorgang im Labor simuliert. Sie soll die Alterung von Bitumen während der Nutzungsdauer in Asphaltbelägen simulieren. Die PAV-Alterung wird in der ÖNORM 14769 beschrieben. Eine schematische Darstellung ist in Abb. 5 ersichtlich.

Zunächst werden die Schalen für die PAV-Alterung soweit erwärmt, dass das Fließen des Bitumens ermöglicht wird. Im Anschluss wird $50,0 \pm 0,5$ g kurzzeitgealtertes Bitumen in den Schalen eingewägt. Es muss sichergestellt werden, dass sich das Bitumen über den gesamten

Boden der Schale verteilt. Die gefüllten Schalen werden in das Schalengestell eingesetzt. Das Gestell wird anschließend in den Druckbehälter gegeben. Die Schalen müssen nun für $20h \pm 10min$ bei $100^{\circ}C$ und einem Druck von $2,1 \pm 0,2 MPa$ im Druckbehälter verbleiben. [9]

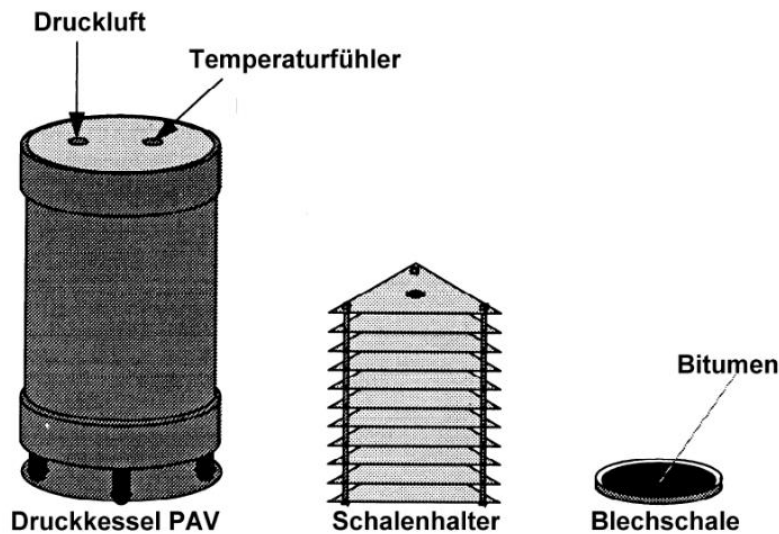


Abb. 5 Schematische Darstellung der PAV-Alterung [8]

1.1.6 Aufbau und Struktur von Bitumen

Bitumen besteht zu einem Großteil (90-95 m%) aus Kohlenwasserstoffen sowie einigen Heteroatomen wie Sauerstoff, Stickstoff und Schwefel (siehe Tabelle 1). Diese stellen das molekulare Gerüst des Materials dar. Speziell die Kohlenwasserstoffe bilden jedoch eine Vielzahl von unterschiedlichen Molekülen, was es sehr schwierig macht, die chemische Zusammensetzung von Bitumen simplifiziert darzustellen. Weiters gilt zu beachten, dass je nach geographischer Herkunft des Rohöls das Bitumen unterschiedlich zusammengesetzt sein kann. Dies hat vor allem Einfluss auf die Alterungsbeständigkeit. [5]

Tabelle 1: Chemische Zusammensetzung von Bitumen [5]

Chemisches Element	Abkürzung des chemischen Elements	Massenanteil [%]
Kohlenstoff	C	80-85
Wasserstoff	H	7-10
Sauerstoff	O	2-9
Stickstoff	N	0,1-1
Schwefel	S	0,5-7
Sonstiges	-	<0,1

1.1.6.1 Kolloidales Modell

Das am weitesten verbreitete Modell für Bitumen ist das kolloidale Modell. Es handelt sich dabei um ein Stoffgemisch aus mindestens zwei Phasen, wobei die disperse in einer kontinuierlichen Phase, dem Dispersionsmittel, gleichmäßig und fein verteilt vorliegt.

Die disperse Phase kann sich innerhalb der kolloidalen Struktur sowohl in annähernd gleich großen Teilchen (mono- oder isodispers) als auch in sehr unterschiedlichen Teilchengrößen (polydispers) zeigen. [10]

Einige Kolloide können aufgrund der Oberflächenaktivität auch zu kleineren Aggregaten assoziieren, die als Mizellen bezeichnet werden. Bei bestimmten Randbedingungen können sich die Mizellen wiederum miteinander verbinden, sodass Aggregate mit wachsender Größe entstehen. [10]

Für die Beschreibung des Bitumens durch ein kolloidales System wird die Vorstellung einer Flüssigkeit mit darin dispergierten Agglomeraten kleinerer Moleküle herangezogen. Die polydispersen Teilchen werden dabei als Mizellen bezeichnet, die sich aus den Asphaltene und entsprechend der jeweiligen Modellvorstellung aus einem unterschiedlichen Anteil an Erdölharzen zusammensetzen und somit die höhermolekularen Komponenten des Bitumens bilden. Das Dispersionsmittel setzt sich hingegen aus den gesättigten Kohlenwasserstoffen, den Aromaten und entsprechend des Modells aus unterschiedlichen Anteilen der Erdölharze zusammen und bildet somit die niedermolekulare Komponente. Aufgrund dieser Struktur entstehen sehr große Grenzflächen, aus denen sich durch Adsorptions-, Dipol- und Dispersionskräfte bestimmte Eigenschaften wie das Adhäsions-, Kohäsions- und Filmbildungsvermögen entwickeln. [10]

1.1.6.1.1 Inverse Mizelle

Nach dem klassischen Modell setzen sich die polydispersen Mizellen des Bitumens aus mehreren Asphaltene-Molekülen zusammen, die durch eine schützende und stabilisierende Solvatationsschicht aus Erdölharzen umgeben sind. Durch diese stabilisierende Schicht der Erdölharze wird eine Ausflockung der Asphaltene vermieden und zudem ein kontinuierlicher Übergang von den hocharomatischen Asphaltene zum lediglich geringfügig aromatischen Dispersionsmittel hergestellt. Bei den aus den Asphaltene und Erdölharzen gebildeten Mizellen handelt es sich um sogenannte inverse Mizellen, deren polare Gruppen nach innen und deren Alkylgruppen nach außen gerichtet sind. [10]

3. Aufbau des Bitumens

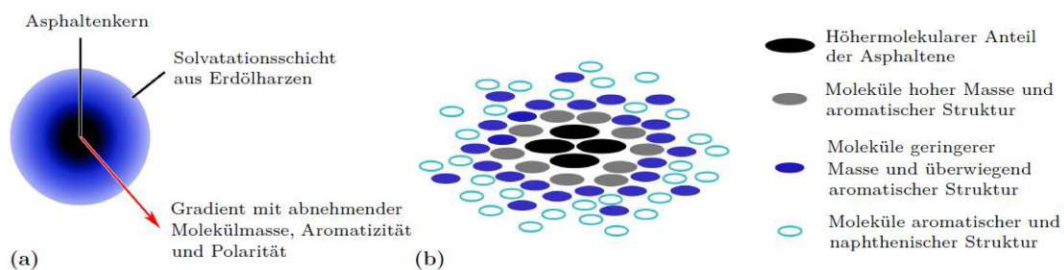


Abb. 6: Schema einer inversen Mizelle [10]

In Abb. 6a ist eine stark vereinfachte Darstellung der inversen Mizelle zu erkennen, die den kontinuierlichen Übergang von den Asphaltene zum Dispersionsmittel verdeutlicht. Im Zentrum dieser Mizelle ist der Asphaltkern schwarz dargestellt, von dem aus sich ein Gradient mit abnehmender Molekülmasse, Aromatizität und Polarität zum Dispersionsmittel hineinstellt. Abb. 6b zeigt den schematischen Aufbau einer Bitumenmizelle anhand der in den Asphaltene und

Erdölharzen enthaltenen Verbindungsgruppen, die sich in Bezug auf die Molekülmasse sowie die Aromatizität und somit auch auf die Polarität unterscheiden. In dieser Abbildung wird der aromatische Asphaltkern der Mizelle ersichtlich, der von zunehmend weniger aromatischen Molekülen umgeben ist. Nach diesem Modell neigen die Asphaltene dazu, die höher aromatischen Kohlenwasserstoffe in Form der Erdölharze zu binden, die somit die Asphaltene umgeben und peptisieren. Diese Moleküle sind wiederum kompatibel mit den naphthenischen und aliphatischen Komponenten der verbliebenen Maltenphase, sodass sich der in Abb. 6a dargestellte Gradient einstellt. [10]

Nach dieser Theorie der Asphalt-Erdölharz-Mizellen bilden die Erdölharze als oberflächenaktive Stoffe demnach eine Solvatationsschicht um die ebenfalls oberflächenaktiven Asphaltene. Dabei wird jedoch lediglich ein Teil der Erdölharze an den Oberflächen der Asphaltmoleküle gebunden, während der verbliebene Teil im Dispersionsmittel gelöst vorliegt. Die von den Asphaltmolekülen gebundenen und die im Dispersionsmittel gelösten Erdölharze neigen dazu, sich abzustößeln, wodurch der Koagulation der Aggregate entgegengewirkt wird. [10]

Normalerweise sind diese Kolloidsysteme niederviskos, d.h. das System erscheint wie eine viskose Flüssigkeit: ein Sol. Mit steigendem Asphaltengehalt treten deutlich ausgeprägte elastische Eigenschaften auf: es liegt also nicht mehr ein Sol, sondern ein Gel vor. [5]

In Abb. 7 ist eine schematische Skizze von Sol- und Gelbitumen dargestellt.

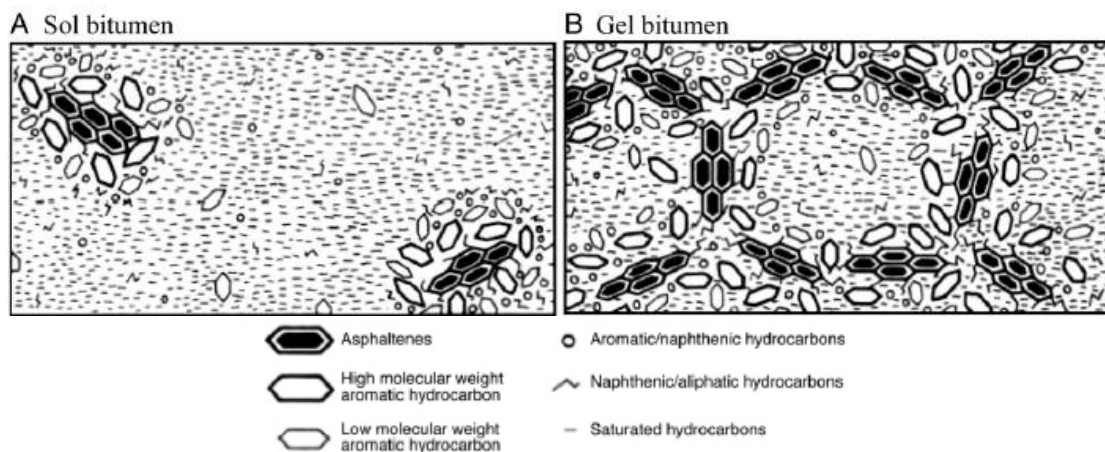


Abb. 7: Solzustand (A), Gelzustand (B) [2]

1.1.6.2 Bitumenwachs und das Wachsmodell

Es gibt zwei weit verbreitete, anerkannte Modelle für die Entstehung der bienchenförmigen Mikrostruktur. Eines davon ist das Wachsmodell.

Bitumen kann gewisse kristalline Anteile enthalten, die als Wachs bezeichnet werden. Erdölwachs kann in Form von paraffinischem oder mikrokristallinem Wachs auftreten. Ersteres bezieht sich auf lineare n-Alkane mit wenigen oder keinen Verzweigungen, letzteres auf aliphatische Kohlenwasserstoffe mit einem erheblichen Anteil an Iso- und Cycloparaffinen. Das paraffinische Wachs ist in der Regel in flachen Platten kristallisiert und wird als makrokristallines Wachs bezeichnet. Mikrokristallines Wachs hingegen kristallisiert in kleinen Nadeln. Mikroskopische Untersuchungen haben auch unterschiedliche Geometrien für die gebildeten Kristalle mit einer scheinbaren Größe von 1-10 µm ergeben. Zu den Faktoren, die die Kristallisation der Wachse im

Bitumen sowie die Form und Größe der Kristalle beeinflussen, gehören die thermische Vorgeschichte, die Abkühlbedingungen und -geschwindigkeit sowie die Lagerzeit der Proben. [11]

1.1.6.3 Asphaltmodell

Was die Bitumenmikrostruktur betrifft, so besagt eines der beiden weithin akzeptierten Konzepte, dass die Asphaltene aggregieren und durch kleinere, weniger polare Moleküle als Mizellen in einer Matrix aus Maltenen stabilisiert werden. [12]

Hofko et al. hat bereits 2015 Untersuchungen zur Mikrostruktur mittels Rasterkraftmikroskop angestellt. Dafür wurde Bitumen zunächst in seine Hauptbestandteile (Maltene und Asphaltene) aufgetrennt und im Anschluss wieder mit Hilfe von Toluol zu künstlich hergestelltem Bitumen mit unterschiedlichen Asphaltgehalten vermischt. Die Auswirkungen des Asphaltgehalts auf die Mikrostruktur wurde in weiterer Folge mit Hilfe eines Rasterkraftmikroskops untersucht. [12]

Die mikrostrukturelle Analyse der reinen Maltenphase mittels Rasterkraftmikroskop zeigt zwei Hauptphasen – einerseits die kugelförmigen Merkmale, und andererseits die kontinuierliche Matrix, in der die eingangs erwähnten kugelförmigen Merkmale verteilt sind. Die typische Faltenbildung (Bienchenstruktur), welche charakteristisch für die Bitumenmikrostruktur ist, tritt in der Maltenphase nicht auf. Dies kann als Zeichen dafür gewertet werden, dass das Auftreten von Faltenstrukturen mit Asphaltene zusammenhängt. [12]

1.2 Beurteilung der Bitumenmikrostruktur anhand unterschiedlicher Mikroskopie-Verfahren

Zur Untersuchung der bienchenförmigen Bitumenmikrostruktur werden in der Wissenschaft unterschiedliche Mikroskopie-Verfahren verwendet. Im Folgenden werden neben dem Lichtmikroskop (siehe Kapitel 2.2, Seite 16) weitere Mikroskopie-Verfahren erläutert.

1.2.1 Rasterkraftmikroskopie (AFM)

Die am häufigsten verwendete Technik zur Untersuchung der Bitumenmikrostruktur ist die Rasterkraftmikroskopie (engl. atomic force microscope - AFM). Dabei wird die Oberfläche mit Hilfe einer nanometergroßen Nadel nach einem bestimmten Raster abgetastet. [13]

1.2.2 konfokales Laser-Scanning-Mikroskop (CLSM)

Im Gegensatz zu herkömmlichen Lichtmikroskopen fokussieren konfokale Mikroskope das Licht auf eine bestimmte Tiefe und eliminieren alle Informationen außerhalb der Fokusebene, indem sie eine räumliche Lochblende vor einem Detektor verwenden. Bei der CSLM ermöglicht die Lichtquelle, ein Laserstrahl, auf Grundlage der Tiefenselektivität eine optische Schnittführung. Die aus diesem Brennpunkt gewonnenen Informationen werden auf eine Lochblende vor dem Detektor projiziert, die sicherstellt, dass nur das Licht aus dem kleinen Bereich der Probe, die bestrahlt wird, erfasst wird. Beim CLSM wird das Bild schließlich durch punktweises Abtasten der Oberfläche erzeugt. Wenn dies in der x-y-Ebene für verschiedene Tiefen in z-Richtung geschieht, können die 2D-Bilder zu einer 3D-Darstellung rekonstruiert werden, was den größten Vorteil des CLSM gegenüber anderen Mikroskopie Techniken darstellt. [11]

Mirwald et al. (2020) haben die drei gängigsten Mikroskopie-Techniken (AFM – Rasterkraftmikroskop, CLSM – konfokales Laser-Scanning-Mikroskop und OIM – optisches inverses Lichtmikroskop) in Bezug auf die Mikrostruktur untersucht. Es konnte dabei festgestellt werden, dass die unterschiedlichen Mikroskope teilweise unterschiedliche Mikroskopiebilder zeigen. [13]

Bezieht man das Arbeitsprinzip auf die Bitumenmikrostruktur, so lässt sich feststellen, dass die Bilder, die im AFM, CLSM und OIM-Dunkelfeld beobachtet werden, unterschiedlichen physikalischen Eigenschaften entsprechen (AFM: Abtasten, CLSM: reflektiertes Licht und OIM-Dunkelfeld: Streulicht). Nichtsdestotrotz können alle drei Techniken die Bienenstruktur gut erkennen und auflösen, unabhängig von ihrem Funktionsprinzip. Bei der Erfassung der Topographie gelingt es ihnen jedoch nicht, die umgebende Peri Phase zu erfassen oder abzubilden, die hauptsächlich durch Hellfeld und Fluoreszenz erfasst wurde. [13]

Während das AFM und möglicherweise das CLSM in der Lage sein könnten, die Peri Phase aufzulösen, ist dies im Dunkelfeld nur möglich, wenn sie Lichtstreuungseigenschaften aufweist. Andererseits sind Hellfeld und Fluoreszenz gute Kandidaten für die Auflösung der Peri Phase um die Bienenstrukturen, da sie die meiste Zeit die Bienen nicht auflösen können, was auf ihre Auflösungsgrenze zurückzuführen sein könnte. Dies ist besonders interessant, da die Peri Phase eine starke Fluoreszenz aufweist, die noch nicht vollständig verstanden ist. [13]

2 MATERIALIEN & PRÜFMETHODEN

2.1 Materialien

Im Laufe der Diplomarbeit wurden Bitumen von unterschiedlichen Raffinerien untersucht. Ein Überblick sowie weitere Informationen sind in Tabelle 2 aufgelistet.

Tabelle 2: Verwendete Bitumen

Laborcode	Bitumensorte	Raffinerie	Klassifizierung
B1158A	70/100	A	Straßenbaubitumen (herkömmlich)
B1159A	50/70	A	Straßenbaubitumen (hart)
B1160A	160/220	A	Straßenbaubitumen (weich)
B1188A	70/100	B	Straßenbaubitumen (herkömmlich)
B1189A	70/100	C	Straßenbaubitumen (herkömmlich)

2.2 Das Mikroskop

Ein Mikroskop ist ein optisches Gerät, mit dem Objekte sowie Materialoberflächen stark vergrößert betrachtet werden können.

Einfache Vergrößerungslinsen waren schon im 16. Jahrhundert bekannt, und das Prinzip der Vergrößerung durch mit Wasser gefüllten Glasschalen wurde bereits von den Römern beschrieben.

Das erste Mikroskop wurde wahrscheinlich vom Brillenschleifer Hans Janssen um das Jahr 1595 konstruiert und gebaut. 1610 benutzte Galileo Galilei sein Fernrohr als Mikroskop, indem er die Rohre weiter auseinanderzog. Als Okular verwendete er eine Zerstreuungslinse und als Objektiv eine Sammellinse. Als Pioniere der modernen Mikroskopie sind Robert Hooke (1635-1703) und Antoni van Leeuwenhoek (1632-1723) zu nennen. [14]

2.2.1 Funktionsweise

Die Funktionsweise eines Mikroskops ist in Abb. 8 dargestellt. Das Mikroskop nutzt zur Vergrößerung von Strukturen die sogenannte zweistufige Abbildung. Ausgehend von der Lichtquelle (Halogenlampe) gelangen die Lichtstrahlen über ein Linsen- und Spiegelsystem zur Probe. In der ersten Stufe wird durch das Objektiv ein vergrößertes Zwischenbild des Objekts an einer definierten Stelle im Mikroskoptubus erzeugt. Das reelle Luftbild wird in der zweiten Abbildungsstufe durch das Okular vergrößert und auf die Netzhaut des Auges projiziert. [15]

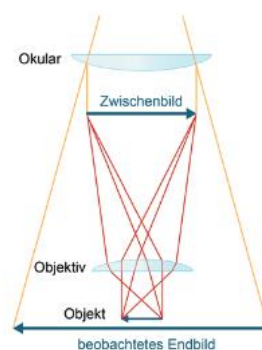


Abb. 8: Funktionsweise Mikroskop [15]

2.2.2 Mikroskopische Kontrastverfahren

Es gibt mehrere Kontrastverfahren, für die unterschiedlichen Anwendungsbereiche der Lichtmikroskopie. Im Rahmen der Diplomarbeit wurde vertiefend mit der Hellfeldmikroskopie, der Dunkelfeldmikroskopie und der Fluoreszenzmikroskopie gearbeitet, welche im Anschluss erläutert werden.

2.2.2.1 Hellfeldmikroskopie

Bei der Hellfeldmikroskopie versteht man jenes Kontrastverfahren, bei dem das Licht von oben auf das Objekt gelenkt wird. Das betrachtete Objekt erscheint dunkel auf hellem Hintergrund. Eine Abbildung der Funktionsweise ist in Abb. 9 links ersichtlich.

2.2.2.2 Dunkelfeldmikroskopie

Bei der Dunkelfeldmikroskopie wird der zentrale Bereich des Lichts ausgeblendet. Durch das Objekt fallen nur Randstrahlen, siehe Abb. 9 Mitte, die auf geradem Weg am Objektiv vorbeigehen würden. Die Strukturen des Objekts lenken aber durch Streuung und Beugung einen Teil des Lichts in das Objektiv hinein. Die Objekte erscheinen hell vor dunklem Hintergrund. [16]

2.2.2.3 Fluoreszenzmikroskopie

Für die Fluoreszenzmikroskopie muss das Objekt von Natur aus fluoreszierende Strukturen aufweisen, oder es werden spezielle Fluoreszenzfarbstoffe zugegeben. Mit kurzwelligem Licht werden die Farbstoffe angeregt und strahlen ein geringfügig langwelligeres Licht ab. Ein Sperrfilter vor dem Objektiv hält das Anregungslicht zurück und lässt nur das Fluoreszenzlicht durch. Fluoreszenzmikroskope arbeiten mit Auflicht, das Anregungslicht fällt also von der Seite des Objektivs auf das Objekt. In Abb. 9 rechts ist ein Schema der Fluoreszenzmikroskopie dargestellt. [16]

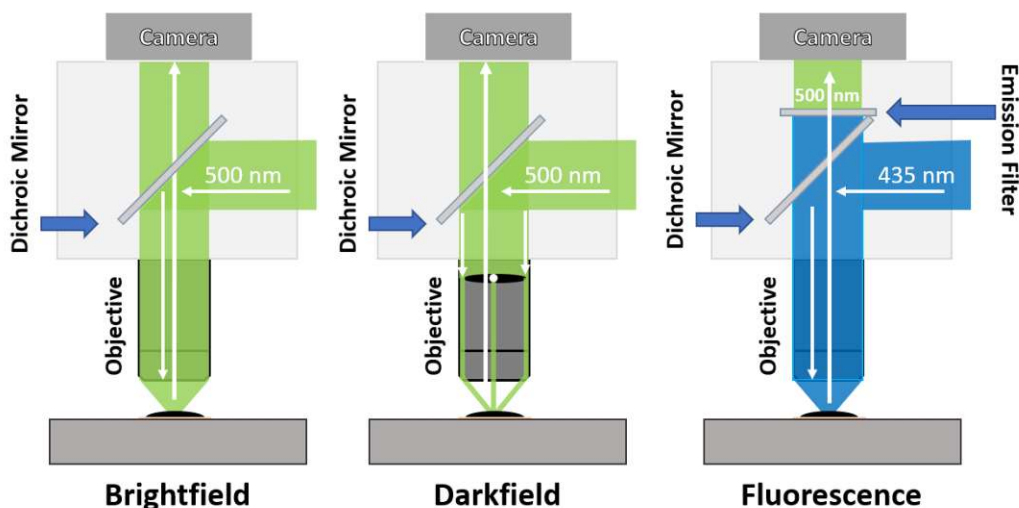


Abb. 9: Schematische Darstellung der Kontrastverfahren: Hellfeldmikroskopie (links), Dunkelfeldmikroskopie (Mitte), Fluoreszenzmikroskopie (rechts) [13]

2.2.3 Verwendetes Mikroskop

Für diese Diplomarbeit wurde das in Abb. 10 dargestellte, inverse Mikroskop verwendet. Es wurde dazu das Nikon Plan Fluor Objektiv gewählt, mit welchem eine 100-fache Vergrößerung möglich ist.

Der Aufbau besteht aus einem flexiblen Säulenstativ, einem motorisierten Märzhäuser-Tisch (X, Y, Z), einem 100x CFI TU Plan-Objektiv (BD 100x, N.A. 0,80, B.D., 4,5 mm), einer Nikon DS-Fi3-Kamera, einer Epi-Fluoreszenzeinheit und einer pE-4000-Universal-LED als Lichtquelle, die 15 verschiedene LEDs im Bereich von 365 - 770 nm enthält. [13]

Für die Hell- und Dunkelfeldaufnahmen wurde die 500-nm-LED ausgewählt, da diese Leuchtdiode die geringste Auswirkung auf mögliche Oxidationsreaktionen hat und dennoch ein ausreichendes Kontrast-zu-Beleuchtungsverhältnis bietet. [13]

Das Epi-Gerät enthält drei verschiedene Filterblöcke für Hellfeld, Dunkelfeld und Fluoreszenz. Die Hellfeldbilder wurden mit einer Belichtungszeit von 5 ms aufgenommen, während die Dunkelfeldbilder nach einer Belichtungszeit von 500 ms aufgenommen wurden. Der Unterschied zwischen den beiden Einstellungen lässt sich durch die Unterschiede in ihrem Grundprinzip erklären. [13]

Der Hellfeld-Filterblock und das Objektiv blockieren kein Licht von der Lichtquelle. Der Dunkelfeld-Filterblock und das Objektiv hingegen blockieren das Licht in der Mitte des Beleuchtungskegels und lassen nur das Licht aus dem äußeren Bereich in einem Winkel von 45° auf die Probenoberfläche fallen. Wenn nichts auf der Oberfläche oder unter der Oberfläche des Materials Licht streut, werden von der Kamera keine Informationen erfasst und es entsteht ein dunkles Bild. Enthält die Probe jedoch lichtstreuende Partikel in der Nähe der Oberfläche, wird das einfallende Licht gestreut und ändert seinen Reflexionswinkel. Dieses Licht mit verändertem Reflexionswinkel durchläuft einen dichroitischen Spiegel und wird von der Kamera erfasst. Da die Gesamtlichtmenge im Dunkelfeld viel geringer ist als im Hellfeld, ist eine längere Belichtungszeit erforderlich, um einen ausreichenden Kontrast zu erzielen. [13]

Da die Fluoreszenz des Bitumens viel geringer ist als die Reflexion im Hellfeldmodus, wurde eine Belichtungszeit von 900 ms gewählt. [13]

Alle Bilder wurden mit der beigefügten Software NIS Elements BR aufgenommen. Da die Probenoberflächen nicht völlig eben sind, wurde ein z-stacking Tool im Bereich von ±10 Mikrometern um die Fokusebene der Bindemittelprobe herum verwendet, gefolgt von einer anschließenden z-stacking Verschmelzung, um ein fokussiertes Bild zu erzeugen. [13]

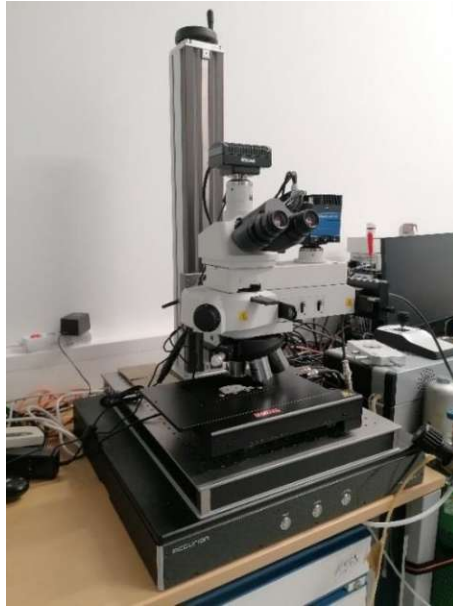


Abb. 10: Verwendetes Mikroskop

2.3 SARA – Fraktionierung und Rückvermischung

Im Kapitel 1.1.6.1 wurde das Kolloidale Modell vorgestellt. Dieses besagt, dass Bitumen ein Stoffgemisch aus zwei Phasen ist, einer dispersen Phase und einer kontinuierlichen Phase.

Die disperse Phase besteht dabei aus den inversen Mizellen, die wiederum in deren Mitte die Asphaltene enthalten. Die kontinuierliche Phase besteht aus den Maltenen, welche die Saturates, Aromatics und Resine der SARA-Fraktionen umfassen. Vereinfacht dargestellt sind die Asphaltene in den Maltenen fein verteilt. Wie im einleitenden Kapitel bereits erwähnt, wurde nach der finalen Festlegung des Prüfverfahrens eine grundlegende Frage über den Ursprung der Mikrostruktur behandelt. Da die kolloidale Modellvorstellung an die Bienenstruktur im Mikroskop erinnert, ist zu untersuchen, ob die Bienen unter dem Mikroskop tatsächlich den Asphaltene entsprechen.

Dafür wurde mit Hilfe der SARA – Fraktionierungsmethode das Bitumen in seine Bestandteile zerlegt. Ein Schema für die SARA – Fraktionierung ist in Abb. 11 ersichtlich.

Die Abkürzung SARA steht für die vier Fraktionen von Bitumen: **Saturates** (dt. gesättigte Kohlenwasserstoffe), **Aromatics** (dt. Aromaten), **Resins** (dt. Harze) und **Asphaltenes** (dt. Asphaltene)

Das Verfahren zur Auftrennung gliedert sich in zwei Teile.

Zu Beginn werden die unlöslichen Asphaltene (A) von den löslichen Maltenen (SAR) durch Ausfällen mit einem parafinischen Lösungsmittel abgetrennt. Dafür werden 400 ± 20 mg Bitumen mit 40 ml n-Heptan für 24 ± 2 h angerührt (siehe Abb. 12 links). In weiterer Folge wird unter Zuhilfenahme einer Vakuumpumpe die Lösung durch einen Filter gesaugt (siehe Abb. 12 rechts). Die Asphaltene verbleiben im Filter, die Maltene fließen durch den Filter hindurch.

Im zweiten Teil, welcher für diese Diplomarbeit nicht erforderlich war, werden die Maltene mit unterschiedlich starken polaren Lösungsmitteln in die restlichen Bestandteile aufgetrennt.

[17] [18]

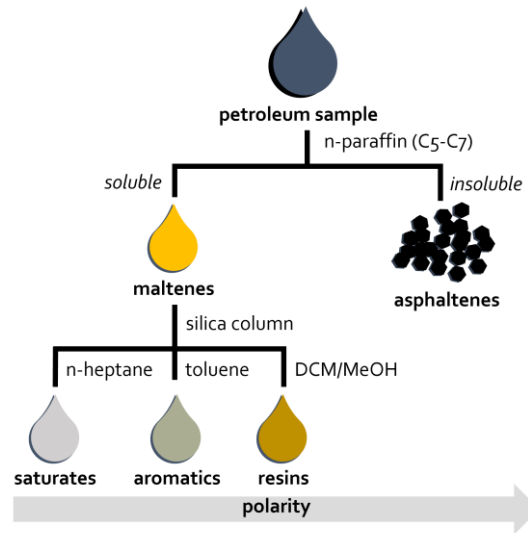


Abb. 11: Schema der SARA-Fraktionierung in gesättigte Kohlenwasserstoffe, Aromaten, Harze und Asphaltene [18]



Abb. 12: 24 Stunden Rühren (Bitumen + Heptan) im Magnetrührer (links), Ausfiltern der Asphaltene mit Hilfe der Vakuumpumpe (rechts)

Anschließend wird versucht, das Bitumen zurückzublenzen. Unter Zurückblenden versteht man das Wiederherstellen des ursprünglichen Bitumens aus den Maltenen und den Asphaltene durch Rückmischung. Dafür müssen zunächst die Asphaltene aus dem Filter entnommen werden. Dies gelingt durch vorsichtiges Aufschneiden der Filter mit einem scharfen Messer (z.B. Cuttermesser). Im Anschluss werden die Asphaltene mit einer langen Nadel aus dem Filter geholt. In Abb. 13 und Abb. 14 wird der Vorgang des Herauslösen der Asphaltene bildlich beschrieben.

Beim Zurückblenden werden die Asphaltene anteilmäßig zum ursprünglichen Bitumen wieder in die Maltene eingerührt. Nach Abwägen der beiden Bestandteile wird der Mischung ein Schuss Toluol zugegeben. Für ein besseres Homogenisieren wird die Mischung einige Minuten im Ultraschallbad belassen. Vom zurückgeblendeten Bitumen wird ebenfalls wieder eine Bildaufnahme erstellt.



Abb. 13: Filter mit Asphaltene (links), Einspannen des Filters im Schraubstock (Mitte), Auseinanderschneiden des Filters (rechts)



Abb. 14: Aufgeschnittener Filter (links), Herausgelöste Asphaltene (rechts)

2.4 Abgeschwächte Total Reflektion (ATR) Fourier Transformation Infrarot Spektroskopie (FTIR)

Die FTIR-Spektroskopie wurde im Zuge dieser Diplomarbeit dafür verwendet, um die Unterschiede in der Alterung der untersuchten Bitumenproben bzw. deren Probenvorbereitung (Einfluss von Temperatur und Heizdauer) festzustellen.

2.4.1 Grundprinzip

Das Grundprinzip der Infrarotspektroskopie (IR-Spektroskopie) beruht auf den Wechselwirkungen zwischen elektromagnetischer Strahlung des infraroten Wellenlängenbereichs und den Molekülen der zu untersuchenden Probe. Trifft die Strahlung auf ein Molekül, wird diese teilweise absorbiert und das Molekül zu Eigenschwingungen angeregt. Die nicht absorbierte Strahlung wird anschließend detektiert und erlaubt anhand der Intensität sowie der Wellenlänge eine Aussage über die in der Probe enthaltenen infrarot aktiven Verbindungen bzw. Molekülbausteine. Die Darstellung der Messwerte erfolgt in Form eines IR-Spektrums, in

dem die Probendurchlässigkeit als Funktion der Wellenlänge bzw. der Wellenzahl aufgetragen wird. [10]

Mit Hilfe des FT-IR-Spektrometers (siehe Abb. 15) kann das Infrarotspektrum von Bitumen aufgenommen werden, welches nach Literatur-Vorgaben ausgewertet wird.

Für Bitumen wird seit mehreren Jahren die Abgeschwächte Total Reflektion (ATR)-FTIR verwendet, bei der die Bitumenprobe auf einen Kristall aufgebracht und gemessen wird. Ein Vorteil dabei ist die schnellere und einfachere Methode im Vergleich zur gewöhnlichen FT-IR Spektroskopie. [19]

Jedes infrarotaktive Molekül zeigt eine charakteristische Bande. Dadurch können unbekannte Materialien oder Substanzen, ähnlich wie mit einem Fingerabdruck, zugeordnet werden. Hierbei werden speziell Oxidationsprodukte wie Ketone und Sulfoxide, welche während der Lagerung oder der temperaturinduzierten Alterung bei hohen Heiztemperaturen entstehen können, detektiert. Diese sind ein Ausmaß dafür, wie stark das Material oxidativ gealtert ist und spielen für die Evaluierung des Alterungszustands eine große Rolle. [19]



Abb. 15: FT-IR-Spektrometer

3 Gewähltes Prüfverfahren und Prüfparameter

Vor der Festlegung des gewählten Prüfverfahrens mussten alle wichtigen Parameter für die Probenvorbereitung, als auch für die Bildaufnahme untersucht und festgelegt werden. Dazu gehören:

- Lagerungsdauer
- Heizplattenliegedauer
- Heizplattentemperatur
- Probenvorbereitung ohne Heizplatte – kaltes Bitumen
- Durchrühren der Bitumenprobe
- Probenvorbereitung ohne Heizplatte - Ofen
- Probenvorbereitung in der Silikonform

3.1 Primäre Probenvorbereitung

Die in Kapitel 3 aufgezählten Parameter für die Probenvorbereitung wurden in den Studien der Vorversuche nach und nach untersucht und abgesteckt. Die anfangs gewählte Methode zur Probenvorbereitung wurde schrittweise an den jeweiligen Parameter angepasst und dadurch optimiert.

Die Heizplatte wurde auf $150^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ erhitzt. Nach dem Erwärmen des Bitumens über dem Heißluftfön wurde ein Tropfen des flüssigen Bitumens auf das kalte Glasplättchen getropft (siehe Abb. 16). Im Anschluss wurde das Glasplättchen auf die warme Heizplatte gelegt. Damit sich das Bitumen besser in der Mulde verbreitet, wurde mit dem Thermometer der Tropfen verrührt. Die Heizplattenliegedauer war zu diesem Zeitpunkt noch nicht fixiert.

Im Anschluss wird diese Probenvorbereitung als „primäre Probenvorbereitung“ bezeichnet.



Abb. 16: Glasplättchen für die primäre Probenvorbereitung

3.1.1 Probenvorbereitung und Versuchsdurchführung „Studie Heizplattenliegedauer“

Eine der ersten Untersuchungen war die Ermittlung der optimalen Heizplattenliegedauer. Dafür war es notwendig mehrere unterschiedliche Heizplattenliegezeiten zu untersuchen. In den ersten Analysen wurden Heizplattenliegezeiten von 5min, 10min, 15min, 30min, 60min untersucht. Die unterschiedlichen Versuche sind in Tabelle 3 zusammengefasst.

Im zweiten Schritt wurden die zu untersuchenden Intervalle auf 15sek, 30sek, 1min, 2min verkürzt.

Tabelle 3: Übersicht der unterschiedlichen Proben für die Studie zur Heizplattenliegedauer

Probennummer	Heizplattenliegedauer	Probenvorbereitung	Bitumensorte
Probe 7	5min, 10min, 15min	Primäre Probenvorbereitung	1158A
Probe 8	10min, 30min, 60min	Primäre Probenvorbereitung	1158A
Probe 10	15sek, 30sek, 1min, 2min	Gewählte Probenvorbereitung ¹	1158A
Probe 11	15sek, 30sek, 1min, 2min	Gewählte Probenvorbereitung	1158B, 1158C
Probe 12	15sek, 30sek, 1min, 2min	Gewählte Probenvorbereitung	1188A, 1189A

Im Zuge der Untersuchungen zur Heizplattenliegedauer wurden FTIR-Messungen von Bitumenproben direkt nach der Probenvorbereitung (frisch) und nach einer Bildaufnahme im Mikroskop (bestrahlt) untersucht. Es wurden Bitumenproben nach 15sek, 30sek, 1min und 2min Heizplattenliegedauer im Spektrometer gemessen.

3.1.2 Probenvorbereitung und Versuchsdurchführung „Temperaturstudie“

Die Eigenschaften von Bitumen sind stark temperaturabhängig. Um den Einfluss der Temperatur auf die Mikrostruktur festzustellen, wurden Bitumenproben mit unterschiedlichen Heizplattentemperaturen bearbeitet. Es wurden Temperaturen von 100°C bis 240°C untersucht.

3.1.3 Probenvorbereitung und Versuchsdurchführung „Kalt vs. Heizplatte“

Für die Studie „Kalt vs. Heizplatte“ wurde die primäre Probenvorbereitung angewendet.

Im Vergleich zur üblichen Vorgehensweise, bei der das Glasplättchen nach Aufbringen der Bitumenproben direkt auf die Heizplatte gelegt wird, wurde in dieser Studie eine alternative Variante untersucht. Dabei wurde das Bitumen lediglich auf das Glasplättchen aufgebracht, ohne dieses anschließend mittels Heizplatte zu erwärmen. (siehe Abb. 17) Im Zuge dieser Differenzierung sollte untersucht werden, ob es einen Einfluss auf die Mikrostruktur gibt. Dafür

¹ Gewählte Probenvorbereitung: Flüssiges Bitumen wird auf heißen Objektträger geleert und nach 15- 30 Sekunden von der Heizplatte genommen; siehe Kapitel 3.2 auf Seite 28

war es erforderlich, dass das „kalte“ Bitumen mit dem Thermometer ein wenig verrührt wird, damit die zu untersuchende Oberfläche größer wird.

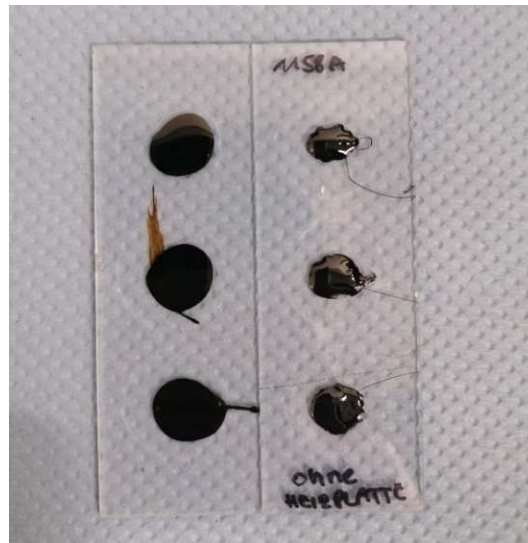


Abb. 17: Links: Bitumen nach primärer Probenvorbereitung; Rechts: „kaltes“ Bitumen ohne Verwendung der Heizplatte

3.1.4 Probenvorbereitung und Versuchsdurchführung „Durchrührversuch“

Für den Durchrührversuch wurde die primäre Probenvorbereitung angewendet.

Dabei wurden Bitumenproben untersucht, die nach dem Auflegen auf die Heizplatte verrührt wurden und sich somit auf dem Glasplättchen besser verteilen ließen. Weiters testete man Bitumenproben, die nicht vermischt wurden. Für diesen Versuch wurde eine Heizplattenliegedauer von 3min festgelegt. Im Anschluss wurde untersucht, ob es Unterschiede in der Mikrostruktur dieser beiden unterschiedlichen Probenvorbereitungen gibt.

3.1.5 Probenvorbereitung und Versuchsdurchführung „Studie Ofen“

Alternativ zum Erwärmen auf der Heizplatte wurden auch Proben untersucht, welche in einem Ofen für 5min auf 160°C erhitzt wurden. Es wurden zwei Arten der Probenvorbereitung miteinander verglichen. Eine Probe wurde mit einem Deckel abgedeckt, damit die Heizungsluft nicht direkt auf das Bitumen bläst. Das andere Bitumen wurde nicht abgedeckt.

3.1.6 Probenvorbereitung in der Silikonform

Im Zuge dieser Diplomarbeit wurden verschiedene Probenvorbereitungen untersucht. Unter anderem wurde versucht, eine Bitumenprobe in der Silikonform herzustellen um diese im Anschluss unter dem Mikroskop zu durchleuchten. Ziel dieses Experiments war es, eine möglichst homogene Probenoberfläche für ein Standardverfahren zur Probenvorbereitung herzustellen. Es stellte sich dahingehend auch die Frage, ob sich Mikrostruktur zwischen Grenzflächen ausbilden kann. Außerdem wurde nach einem Zusammenhang zwischen einer Oberflächen-Probenvorbereitung und einer Grenzflächen-Probenvorbereitung gesucht.

Untersuchungen an der Mikrostruktur von Bitumen-Silikon-Grenzflächen in Bezug auf das Fluoreszenzverhalten wurden 2020 bereits von Mirwald et al. untersucht. Darin wurde auch bewiesen, dass die fluoreszierenden Partikel tatsächlich lichtstreuende Partikel mit hoher Eigenfluoreszenz sind, welche in einer tiefer liegenden fluoreszierenden Matrix eingebettet sind. (2-Phasen System) [20]

Bei dieser Studie wurde die Probenvorbereitung abweichend vom Standardverfahren gewählt. Das Bitumen wurde direkt in eine DSR-Silikonform gegossen, ohne es zuvor auf der Heizplatte zu erhitzen. Anschließend wurde das Glasplättchen auf das Bitumen gelegt und für ca. 10min ruhend gestellt (siehe Abb. 18 links). Anschließend wurde die Probe für 15min in einen Gefrierschrank gegeben. Die Silikonform konnte folglich von der Probe abgelöst werden und am Mikroskop untersucht werden (siehe Abb. 18 rechts).

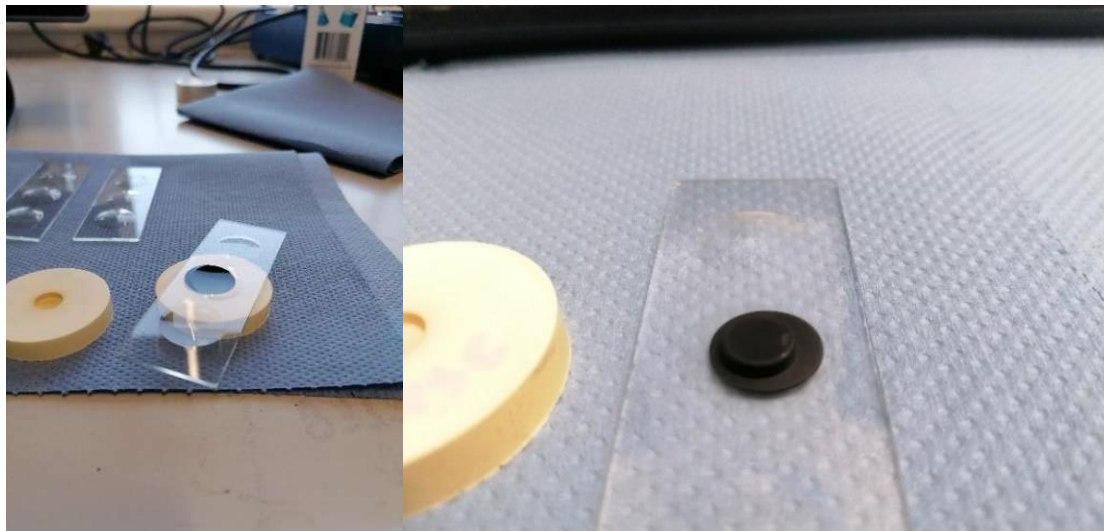


Abb. 18: Probenvorbereitung für Silikonstudie (links), Vorsichtiges Ablösen der Silikonform von der Probe (rechts)

3.2 Gewählte Probenvorbereitung

Wie im Kapitel 3.1 beschrieben, wurden die erwähnten Parameter für die Probenvorbereitung nach und nach untersucht und abgesteckt. Ausgehend der Ergebnisse dieser Vorstudien wurde die gewählte Probenvorbereitung für die später durchgeführten Hauptstudien fixiert.

Die Probenvorbereitung stellt einen wichtigen Parameter in der Beobachtung der Bitumenmikrostruktur dar. Durch die geringe Probenmasse (ca. 1g) und die dadurch verhältnismäßig große Oberfläche altert das Bitumen schneller als eine Probe mit großer Masse. Besonders die temperaturabhängigen Parameter, welche eine mögliche Alterung bestärken können, müssen daher sorgfältig gewählt werden. Heiztemperatur, Heizedauer und Lagerungsdauer können einen signifikanten Einfluss auf die sich auszubildende Mikrostruktur haben. Die Probenvorbereitung wurde daher wie folgt gewählt:

Als Objektträger wird ein Glasplättchen mit einer bis drei Mulden verwendet. Das Glasplättchen wird zu Beginn mit Toluol gesäubert, um eventuelle Verunreinigungen auszuschließen. Die Heizplatte wird auf $150^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ erhitzt. Im Anschluss wird der Objektträger auf die heiße Heizplatte gelegt.

Vor der Bitumenentnahme wird die erste Schicht aus dem Kübel entfernt, da sie häufig mit Staub verschmutzt ist oder bereits teils gealtert ist. Das zu untersuchende Bitumen wird anschließend mit einem Löffelspatel aus dem Bitumenkübel entnommen (ca. 1g). Das Bitumen wird dann unter ständigem Rühren über einem Heißluftfön auf ca. 140°C erwärmt. Im Anschluss wird das flüssige Bitumen auf das vorbereitete heiße Glasplättchen geleert (ca. 200-300mg). Durch die heiße Oberfläche verteilt sich das Bitumen in der Mulde. Es bildet sich ein flacher Film, der für die spätere Bildaufnahme im Mikroskop erforderlich ist. Nach ca. 15-30 Sekunden wird der Objektträger von der Heizplatte genommen und, zum Schutz vor Licht und Staub, abgedeckt. Mit diesem Schritt beginnt die Zeitmessung für die Bildaufnahme.

1. Heizplatte auf 150°C erwärmen



2. Gereinigtes Glasplättchen auf die Heizplatte legen



3. Löffelspatel vorsichtig erwärmen



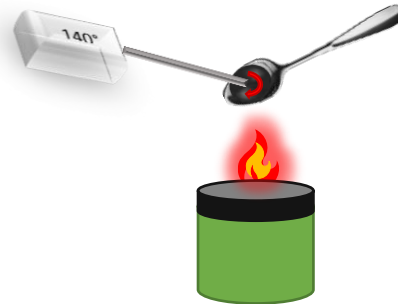
4. Staubschicht entfernen



5. Bitumen entnehmen



6. Bitumen unter ständigem Rühren auf ca. 140°C erwärmen



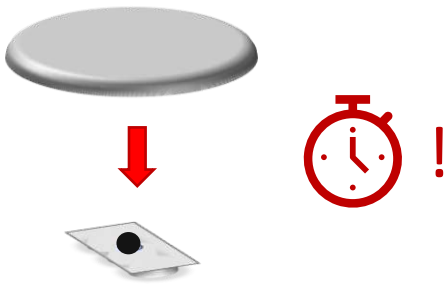
7. Bitumen auf Glasplättchen leeren



8. Glasplättchen mit Bitumen für ca. 15- 45 Sekunden auf der Heizplatte erwärmen



9. Glasplättchen mit Bitumen von der Heizplatte nehmen und abdecken. Zeitmessung beginnen.



3.3 Bildaufnahme

Die Probe wird nach ca. 25min auf den Objektstisch des Mikroskops gelegt und mit Hilfe einer Halterung in ihrer Position fixiert. Nach 30min kann mit der Bildaufnahme gestartet werden.

Für eine aussagekräftige Studie werden zumindest drei Glasplättchen mit je einer Bitumenprobe untersucht. Es werden je Bitumenprobe drei Punkte aufgenommen, wie in Abb. 19 dargestellt. Die Wahl der Position der Punkte ist willkürlich vorzunehmen. Je Bitumenprobe wird eine Hellfeld- und drei Dunkelfeldaufnahmen erstellt. Eine beispielhafte Darstellung einer Hellfeld- und Dunkelfeldaufnahme ist in Abb. 20 ersichtlich.



Abb. 19: Schematische Skizze eines Glasplättchens

Die Aufnahme wird mit einem 100x CFI TU Plan Objektiv (BD 100x, N.A. 0.80, B.T., 4.5mm) sowie einer Nikon DS-Fi3 Kamera durchgeführt. [13]

Die jeweiligen Einstellungen sind in folgender Tabelle 4 ersichtlich.

Tabelle 4: Gewählte Einstellungen für die Bildaufnahme

	Hellfeldaufnahme	Dunkelfeldaufnahme
Lichtquelle	100% 500nm LED	100% 500nm LED
Belichtungszeit	5ms	500ms

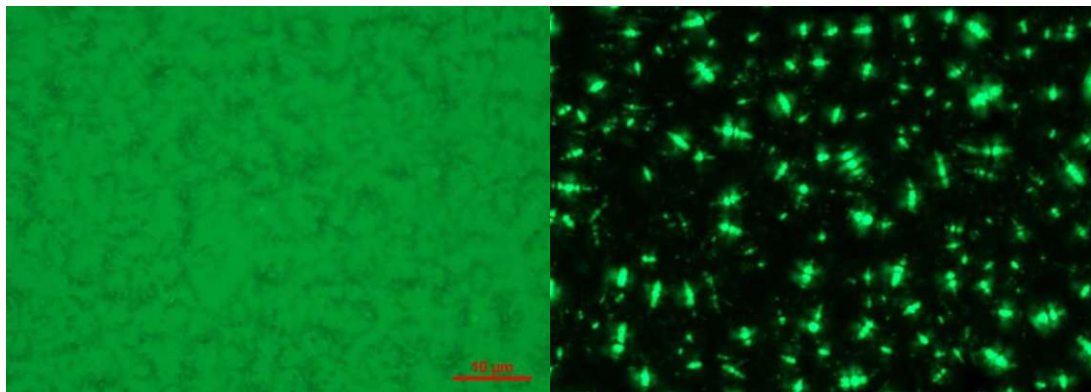


Abb. 20: Exemplarische Hellfeldaufnahme (links) und dazugehörige Dunkelfeldaufnahme (rechts)

3.4 Bildauswertungen

Zur Auswertung der aufgenommenen Bilder wird das Bildbearbeitungsprogramm **Fiji ImageJ** verwendet, welches als Freeware zur Verfügung steht.

Nach dem Öffnen der Software wird mittels Drag und Drop das zu untersuchende Dunkelfeld-Bild in das Programm gezogen. Unter *Image>Adjust>Color Threshold* wird der Schwellenwert (Threshold) eingestellt. Für die *Thresholding Method* ist *Default* einzustellen. Anschließend wird unter *Analyze>Analyze Particles>OK* die Eigenschaften für jeden Partikel ausgeworfen. Die wichtigsten Eigenschaften für die Partikelauswertung sind: Partikelanzahl, Partikelfläche, Länge der großen Halbachse, Länge der kleinen Halbachse und der Winkel von der Horizontalen zur großen Halbachse. Eine bildliche Beschreibung dieses Vorganges ist im Anhang 9.1 detailliert ersichtlich.

Im Anschluss wird für jedes Dunkelfeldbild die Auswertung mit Hilfe eines Tabellenkalkulationsprogramms (z.B. Excel) vorgenommen. Die Partikel, welche eine Größe von <10 haben, werden ausgefiltert, um etwaige Fehler durch Verunreinigung zu vermeiden. Im Anschluss wird der Mittelwert der Partikelflächen sowie die Anzahl der Partikel errechnet.

4 Ergebnisse und Interpretation

4.1 Vorversuche

4.1.1 Optimaler Zeitpunkt der Bildaufnahme

Im Zuge der Diplomarbeit wurde der optimale Zeitpunkt für die Bildaufnahme festgestellt. Dieser stellte sich dahingehend dar, dass die Mikrostruktur nach 5min kaum sichtbar war, sich allerdings nach 30min vollständig ausgebildet hat. Diese Erkenntnis ist auch durch die Partikelanalyse belegt. Daher wurden die Bildaufnahmen folglich allesamt nach einer Dauer von 30min angefertigt. In Abb. 21 und Abb. 22 ist der Vergleich der Hellfeld- und Dunkelfeldaufnahmen nach 5min und nach 30min dargestellt.

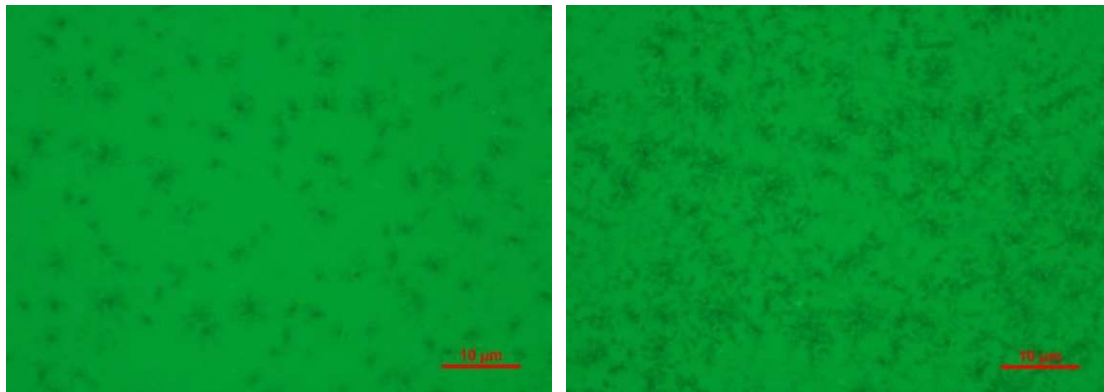


Abb. 21: Hellfeldaufnahme von 1158A nach 5min (links) und nach 30min (rechts)

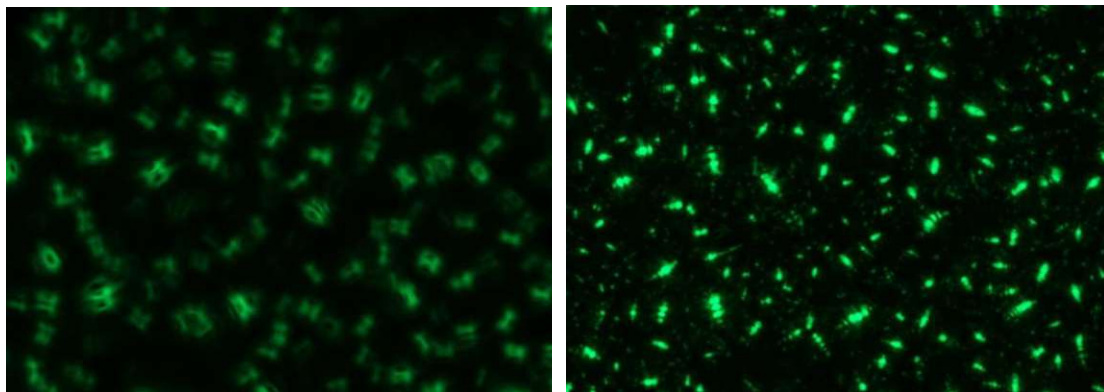


Abb. 22: Dunkelfeldaufnahme von 1158A nach 5min (links) und nach 30min (rechts)

4.1.2 Studie Heizplattenliegedauer

Die unterschiedlichen Proben für die Heizplattenliegedauer zeigen unterschiedliche Trends.

Das Diagramm 2 zeigt, dass mit steigender Heizplattenliegedauer, die durchschnittliche Partikelfläche abnimmt.

Das Diagramm 1 zeigt keinen Trend in Bezug auf die Heizplattenliegedauer.

Ergebnisse und Interpretation

Das ungealterte Bitumen 1158A zeigt im Vergleich, dass die Partikelfläche mit steigender Heizplattenliegedauer zunimmt. Auch das RTFOT-gealterte Bitumen 1158B in Diagramm 4 und das PAV-gealterte Bitumen 1158C in zeigen denselben Trend.

Auch die Partikel des Bitumens 1188A zeigen im Diagramm 6, dass die durchschnittliche Partikelfläche mit steigender Heizplattenliegedauer zunimmt. Im Diagramm 7 für das Bitumen 1189A ist dieser Trend nur sehr leicht ausgeprägt.

In Tabelle 5 sind die Ergebnisse zur Heizplattenliegedauer zusammengefasst.

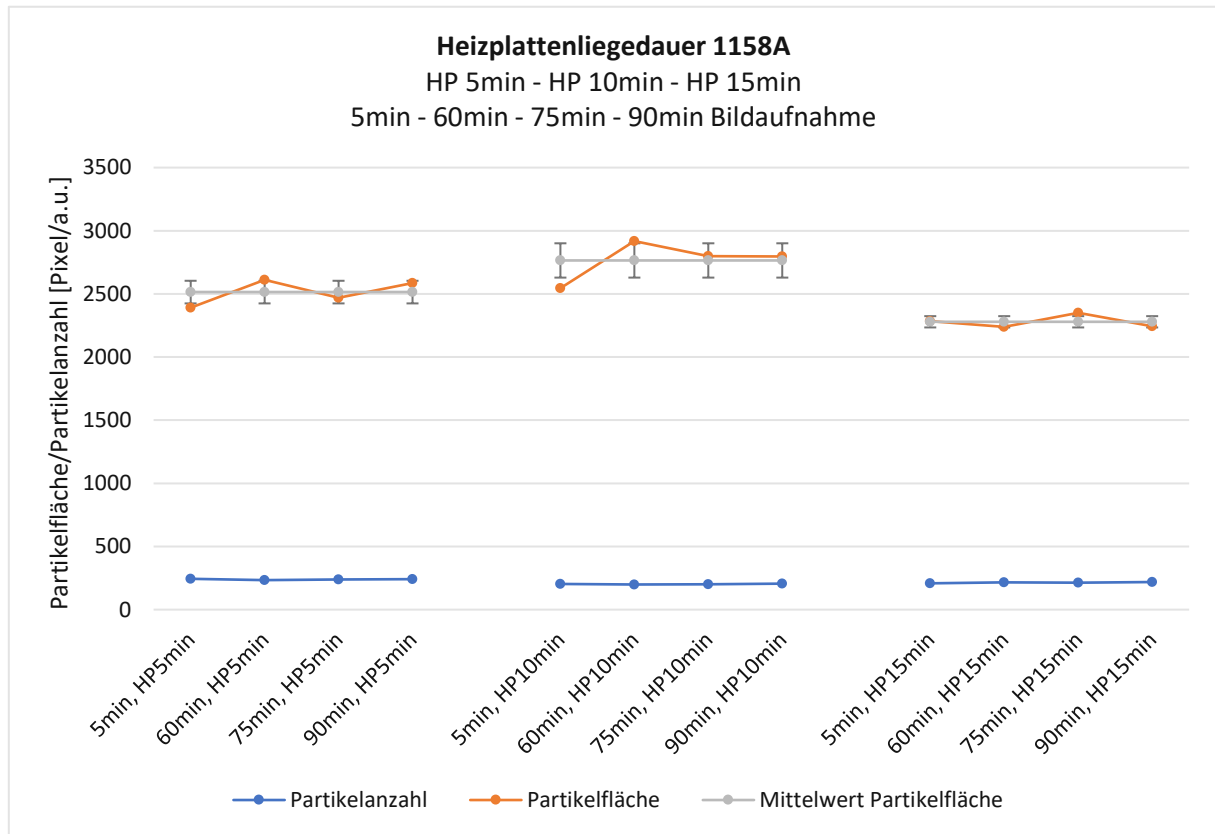


Diagramm 1: Heizplattenliegedauer 1158A (HP 5min, HP 10min, HP 15min)

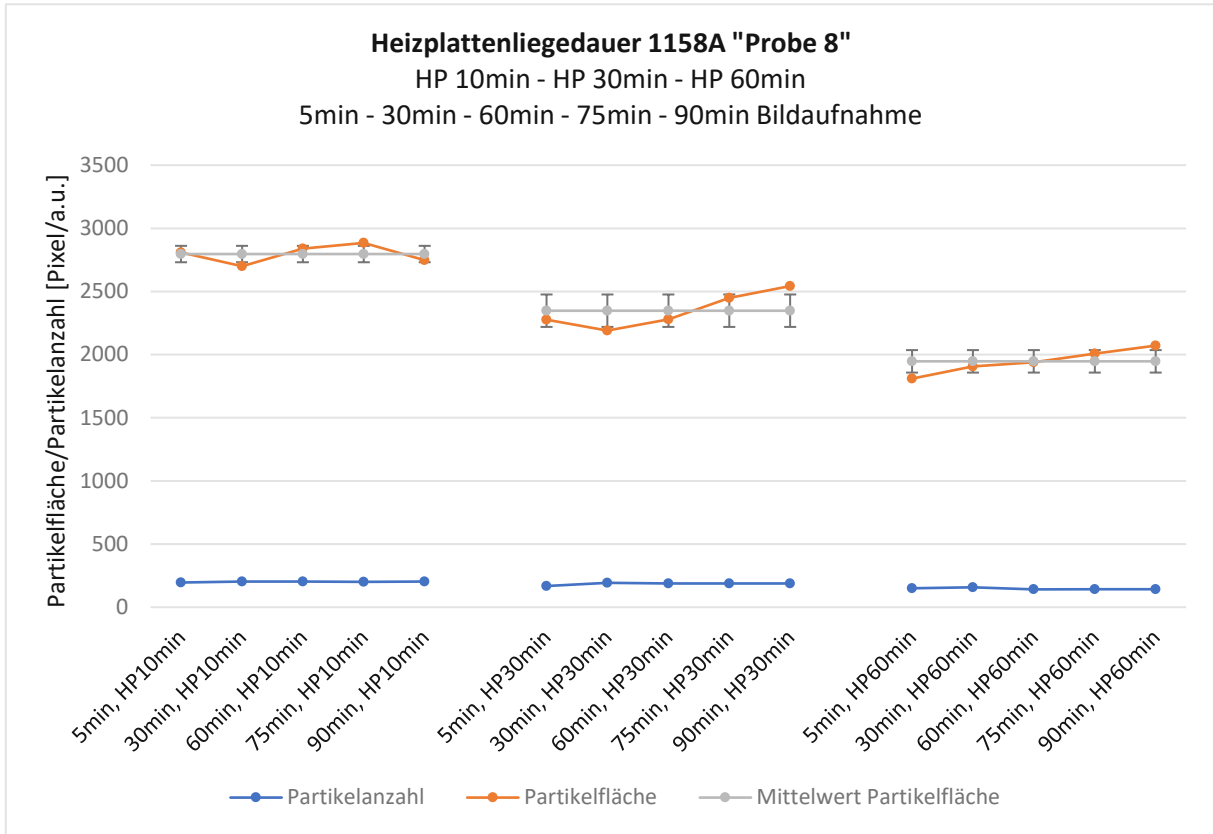


Diagramm 2: Heizplattenliegedauer 1158A (HP 10min, HP 30min, HP 60min)

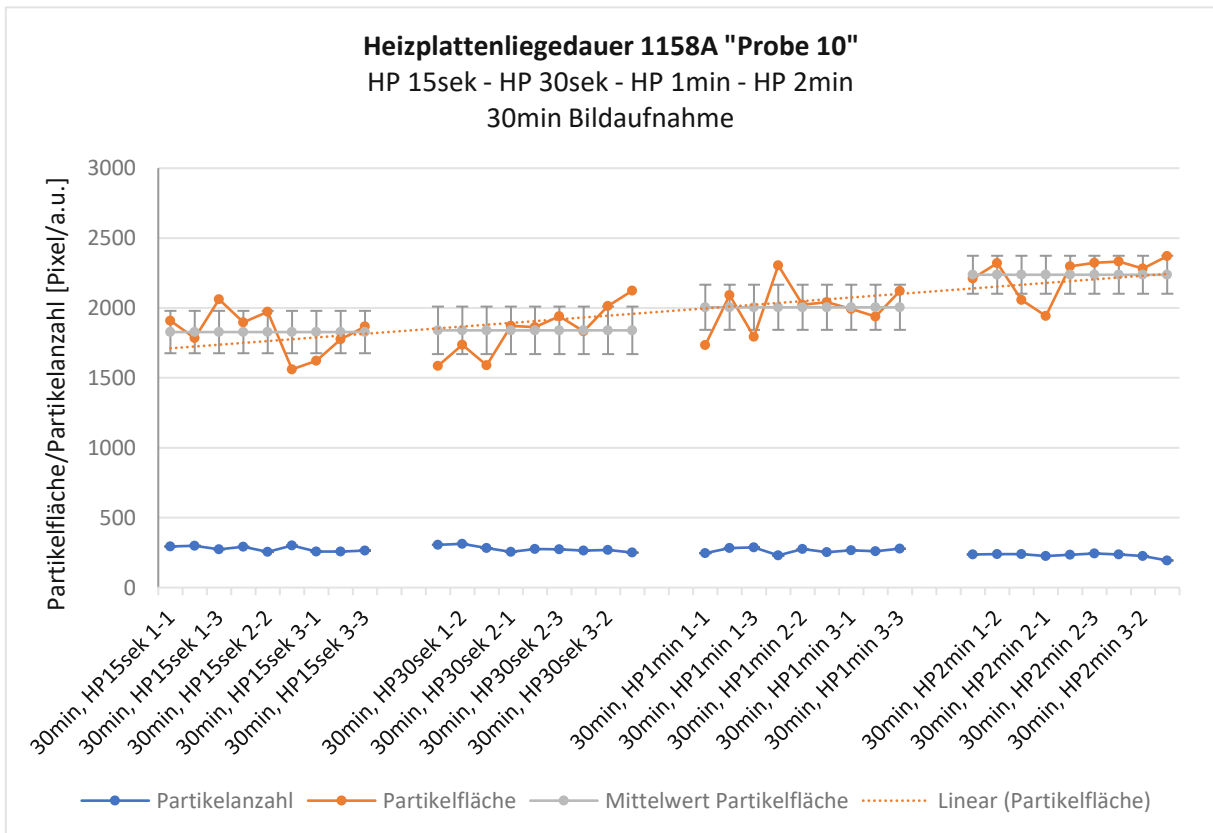


Diagramm 3: Heizplattenliegedauer 1158A (HP 15sek, HP 30sek, HP 1min, HP 2min)

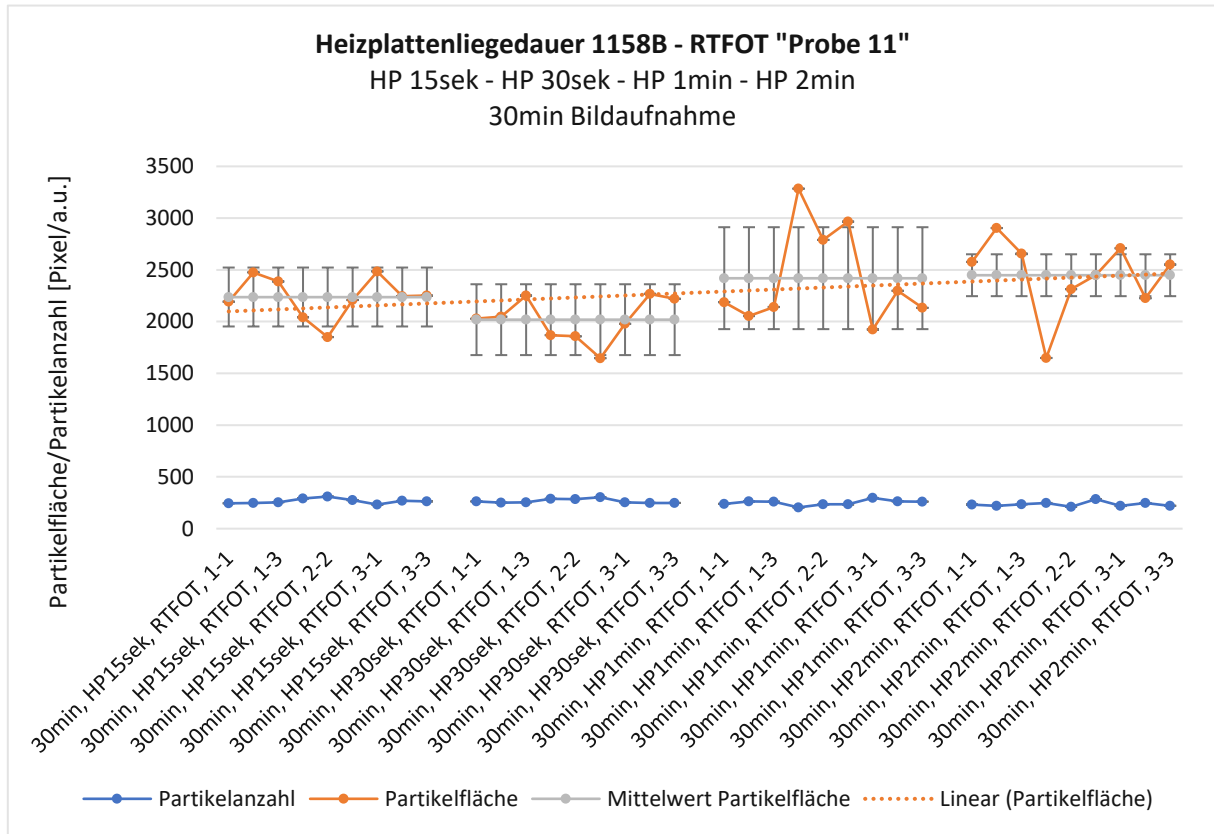


Diagramm 4: 1158B - RTFOT (HP 15sek, HP 30sek, HP 1min, HP 2min)

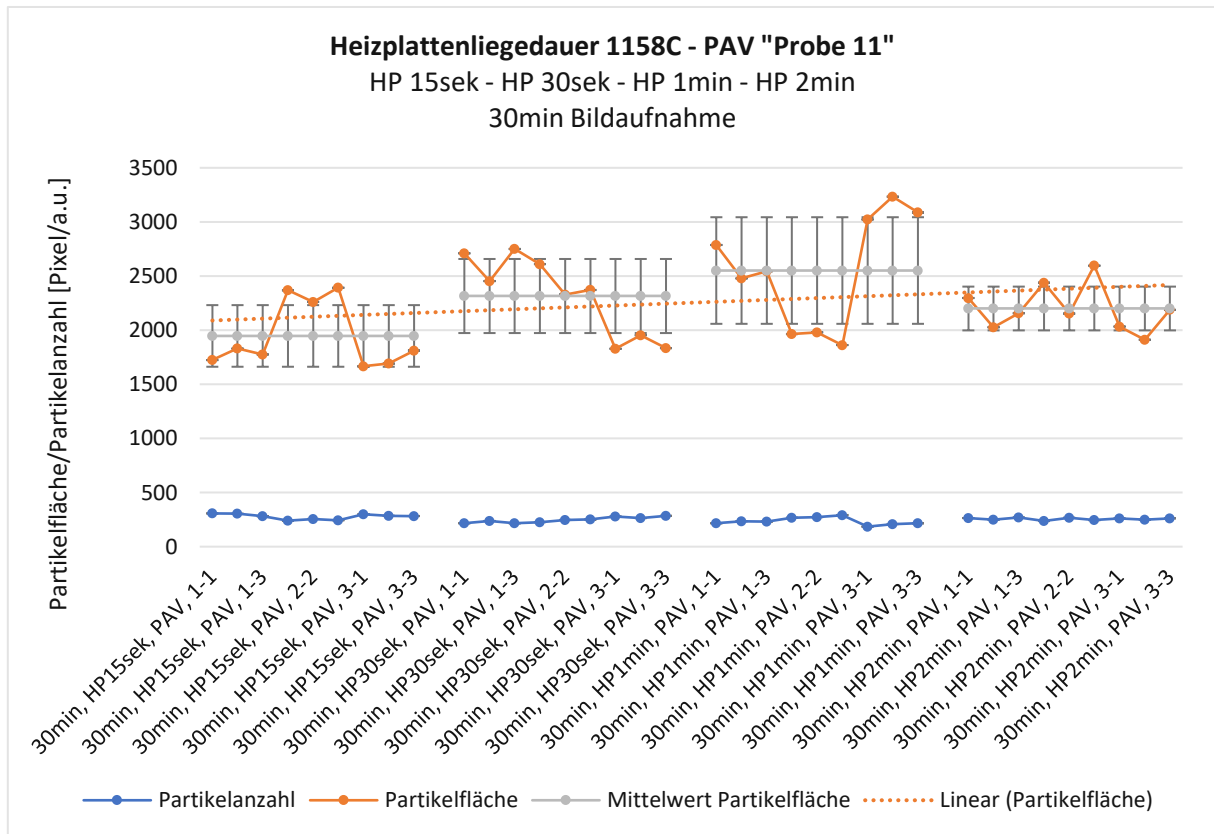


Diagramm 5: 1158C (HP 15sek, HP 30sek, HP 1min, HP 2min)

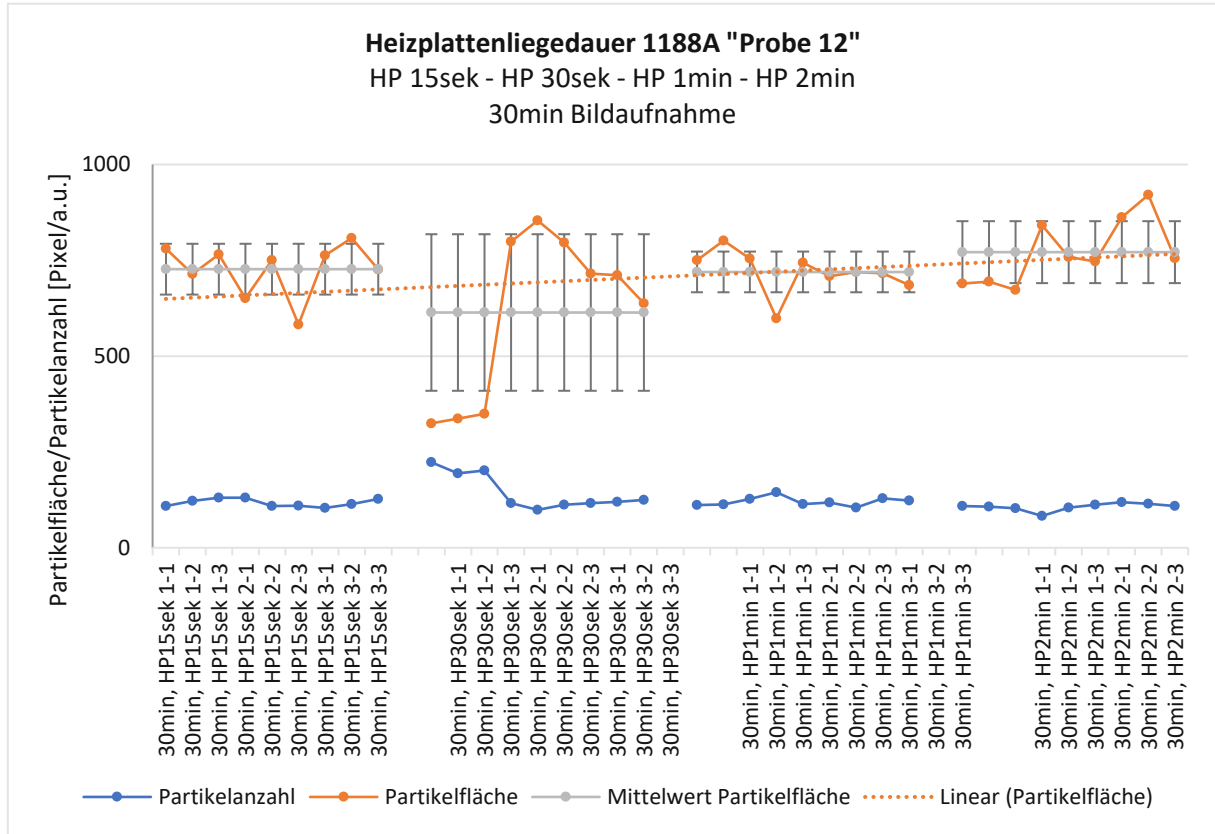


Diagramm 6: 1188A (HP 15sek, HP 30sek, HP 1min, HP 2min)

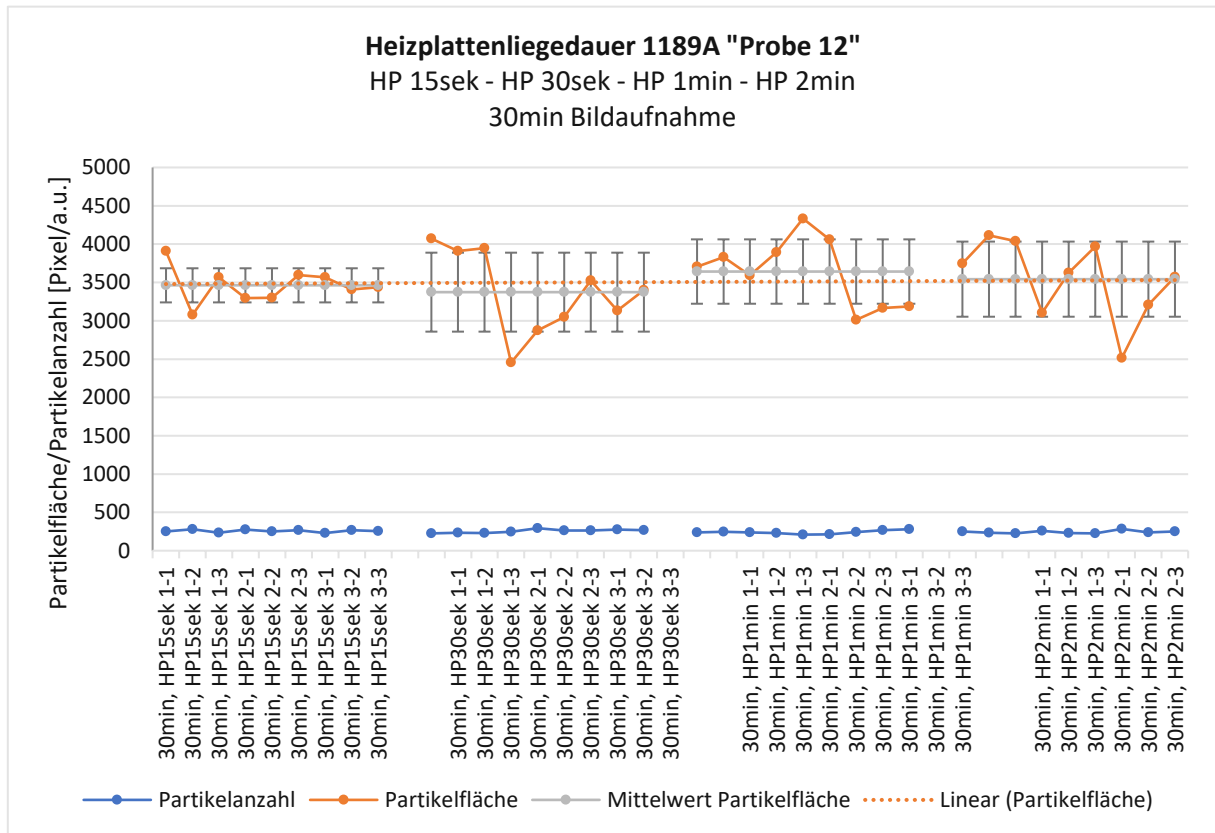


Diagramm 7: 1189A (HP 15sek, HP 30sek, HP 1min, HP 2min)

Tabelle 5: Ergebnisse zur Heizplattenliegedauer

Bitumensorte	Probennummer	Heizplattenliegedauer	Spannweite Partikelfläche	Durchschnittliche Partikelanzahl
1158A	Probe 7	5min	2400 – 2600	240
		10min	2500 – 3000	200
		15min	2200 – 2400	210
1158A	Probe 8	10min	2700 – 2900	200
		30min	2200 – 2600	190
		60min	1800 – 2100	150
1158A	Probe 10	15sek	1500 – 2100	270
		30sek	1500 – 2100	270
		1min	1700 – 2300	270
		2min	1900 – 2400	230
1158B	Probe 11	15sek	1800 – 2500	260
		30sek	1600 – 2300	270
		1min	2000 – 3300	250
		2min	1700 – 2900	240
1158C	Probe 11	15sek	1700 – 2400	280
		30sek	1800 – 2800	250
		1min	1900 – 3200	240
		2min	1900 – 2600	260
1188A	Probe 12	15sek	600 – 800	120
		30sek	300 – 900	150
		1min	600 – 800	120
		2min	600 – 1000	110
1189A	Probe 12	15sek	3000 – 3600	260
		30sek	2800 – 4100	260
		1min	3000 – 4400	240
		2min	2500 – 4100	240

Wie bereits im Kapitel 2.4 erwähnt, kann Bitumen mit steigender Heiztemperatur bzw. Heizplattenliegedauer altern. Die dabei entstehenden Oxidationsprodukte wie Ketone und Sulfoxide können mit Hilfe der ATR-FTIR-Spektroskopie detektiert und analysiert werden.

Die Ergebnisse von unterschiedlichen Heizplattenliegedauer sind in Abb. 23 dargestellt. Hierbei sind ungealterte Proben (gelb), RTFOT gealtertes Bitumen (grün) und RTFOT+PAV gealtertes Bitumen (blau) bei jeweilig unterschiedlicher Heizedauer vor und nach der Mikroskopie zu sehen. Hierbei zeigt sich einerseits, dass mit zunehmender Heizedauer die Oxidationsprodukte ansteigen. Dies ist vor allem für frisches Bitumen relevant. Kurz- und langzeitgealtertes Bitumen ist nicht so anfällig auf Oxidation. Weiters sieht man jedoch auch die Auswirkungen des Lichts auf das Mikroskop. Entsprechend muss die Beleuchtungszeit vorsichtig gewählt werden, damit die Probe während der Aufnahme nicht zu stark in-situ altert.

Aus dieser Erkenntnis heraus wurde die Heizplattenliegedauer für die Probenvorbereitung mit 15-30 Sekunden fixiert.

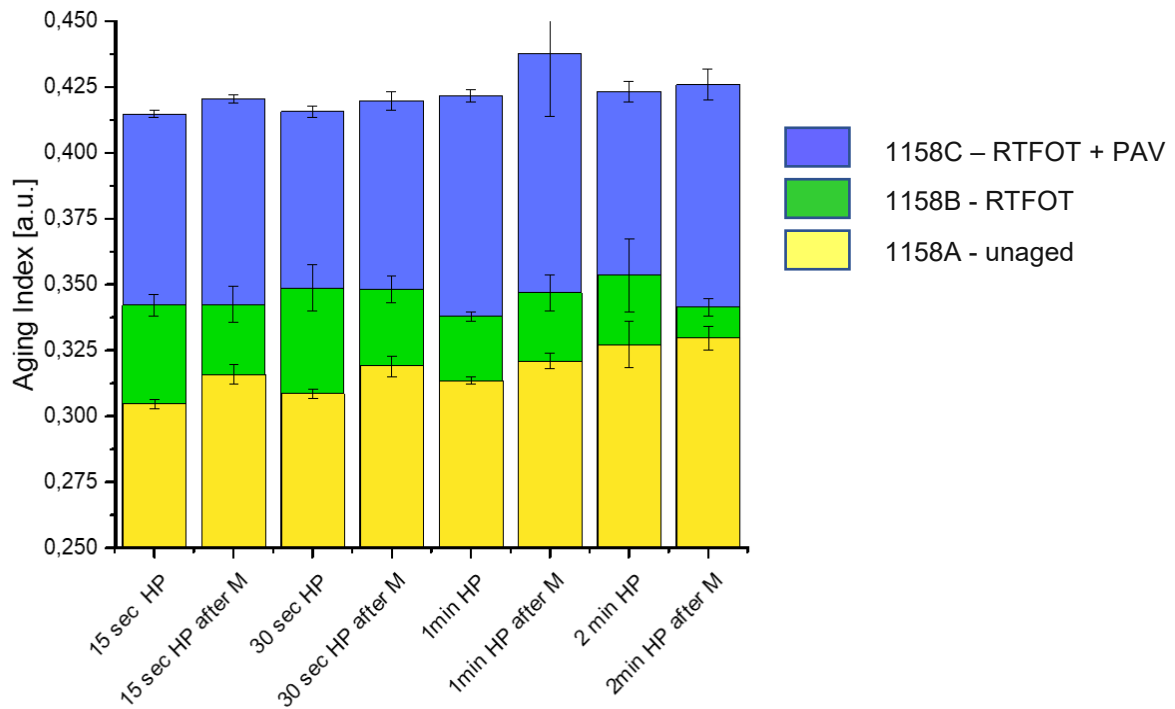


Abb. 23: FTIR-Ergebnisse - Alterungsindex

4.1.3 Temperaturstudie

In dieser Studie wurde zwischen Heizplattenliegedauern von 15sek und 2min unterschieden.

Die Partikelfläche wird, bei einer Heizplattenliegedauer von 15sek, mit steigender Temperatur größer (siehe Tabelle 6 und Diagramm 8). Bei einer Heizplattenliegedauer von 2min ist dieser Trend bereits sehr markant. Das bedeutet, dass die Heizplattenliegedauer sowie die Heizplattentemperatur sehr stark eine oxidative Alterung des Bitumens bewirken.

Tabelle 6: Ergebnisse Temperaturstudie

Heizplattentemperatur	Heizplattenliegedauer	Spannweite Partikelfläche	Durchschnittliche Partikelanzahl
100°C	15sek	1800 - 2500	200
150°C	15sek	1700 - 2300	230
180°C	15sek	1700 - 3400	230
240°C	15sek	2000 - 2900	230
150°C	2min	1900 - 2400	230
240°C	2min	2700 - 3900	150

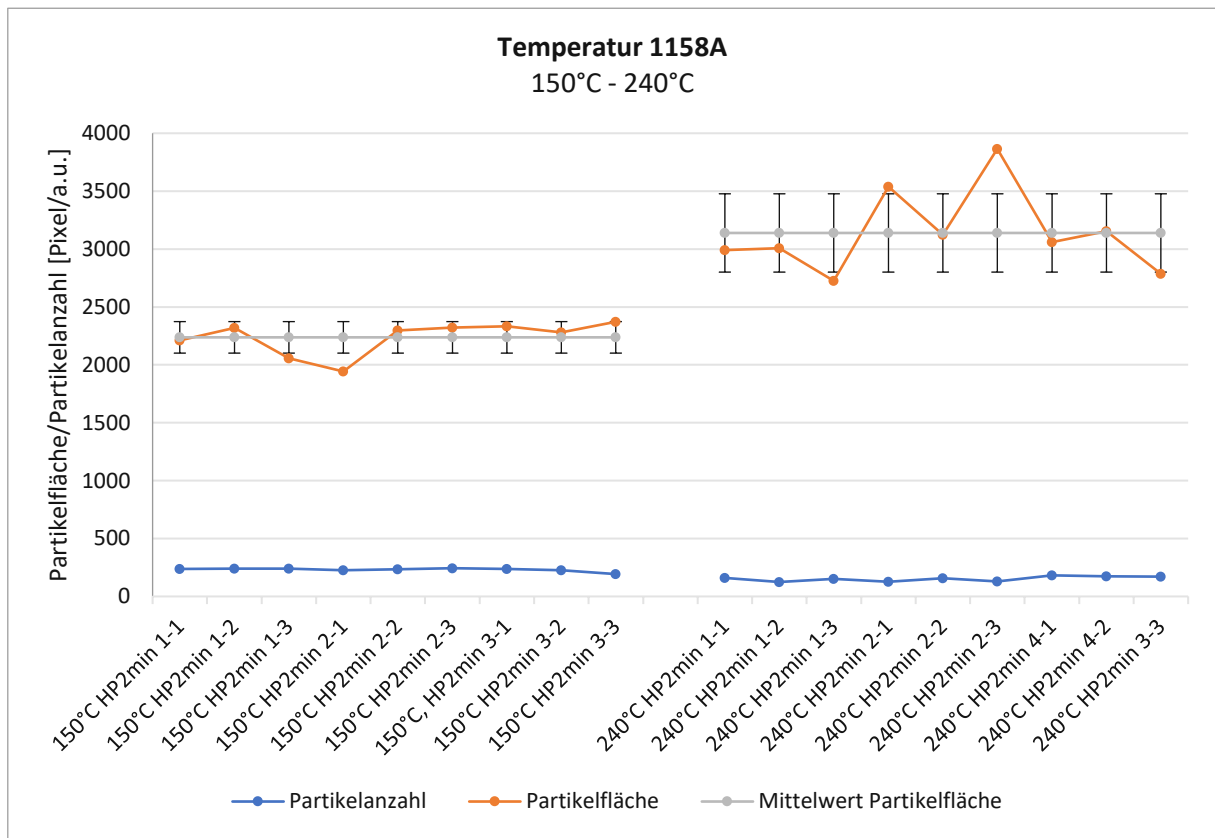


Diagramm 8: Temperaturstudie 1158A (2min Heizplattenliegedauer)

4.1.4 Studie „Kalt vs. Heizplatte“

In Abb. 24 und Abb. 25 sind die Bildaufnahmen zu dieser Studie dargestellt. Die Aufnahmen der Abb. 25, welche die kalte Probenvorbereitung darstellt, zeigt im Gegensatz zur Abb. 24 eine höhere durchschnittliche Partikelanzahl sowie eine niedrigere durchschnittliche Partikelfläche (siehe Tabelle 7 und Diagramm 9). Auf Basis dieses Ergebnis liegt die Vermutung nahe, dass die Temperatur einen maßgebenden Einfluss auf die Mikrostruktur hat. So dürften sich mit steigender Temperatur weniger, aber dafür größere Partikel ausbilden.

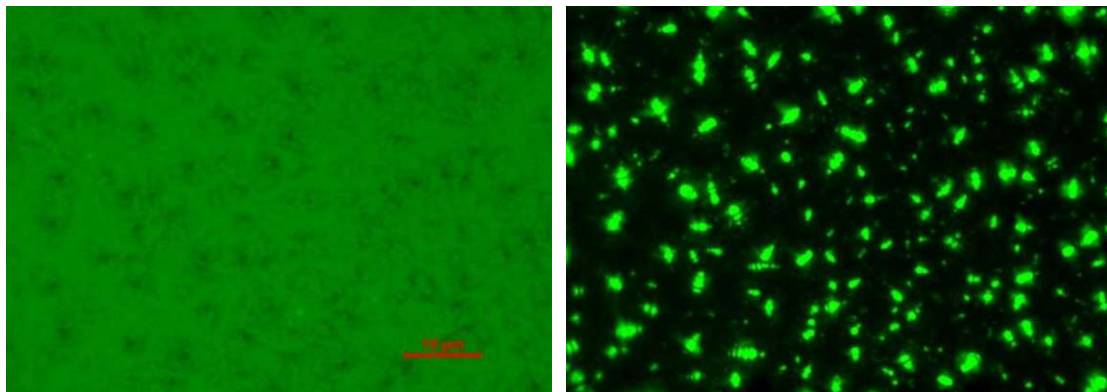


Abb. 24: Hellfeld- (links) und Dunkelfeldaufnahme (rechts) zur Studie „Kalt vs. Heizplatte“, heißes Bitumen – mit Verwendung der Heizplatte

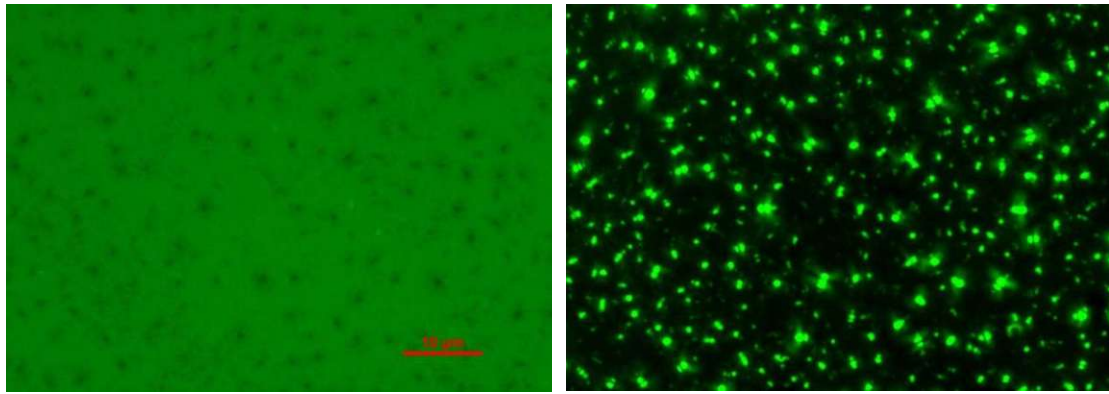


Abb. 25 Hellfeld- (links) und Dunkelfeldaufnahme (rechts) zur Studie „Kalt vs. Heizplatte“, kaltes Bitumen – ohne Verwendung der Heizplatte

Tabelle 7: Ergebnisse Studie „Kalt vs. Heizplatte“ 1158A

	Primäre Probenvorbereitung	„kaltes“ Bitumen
Spannweite Partikelfläche	2800 – 3200	1400 – 1500
Durchschnittliche Partikelanzahl	220	340

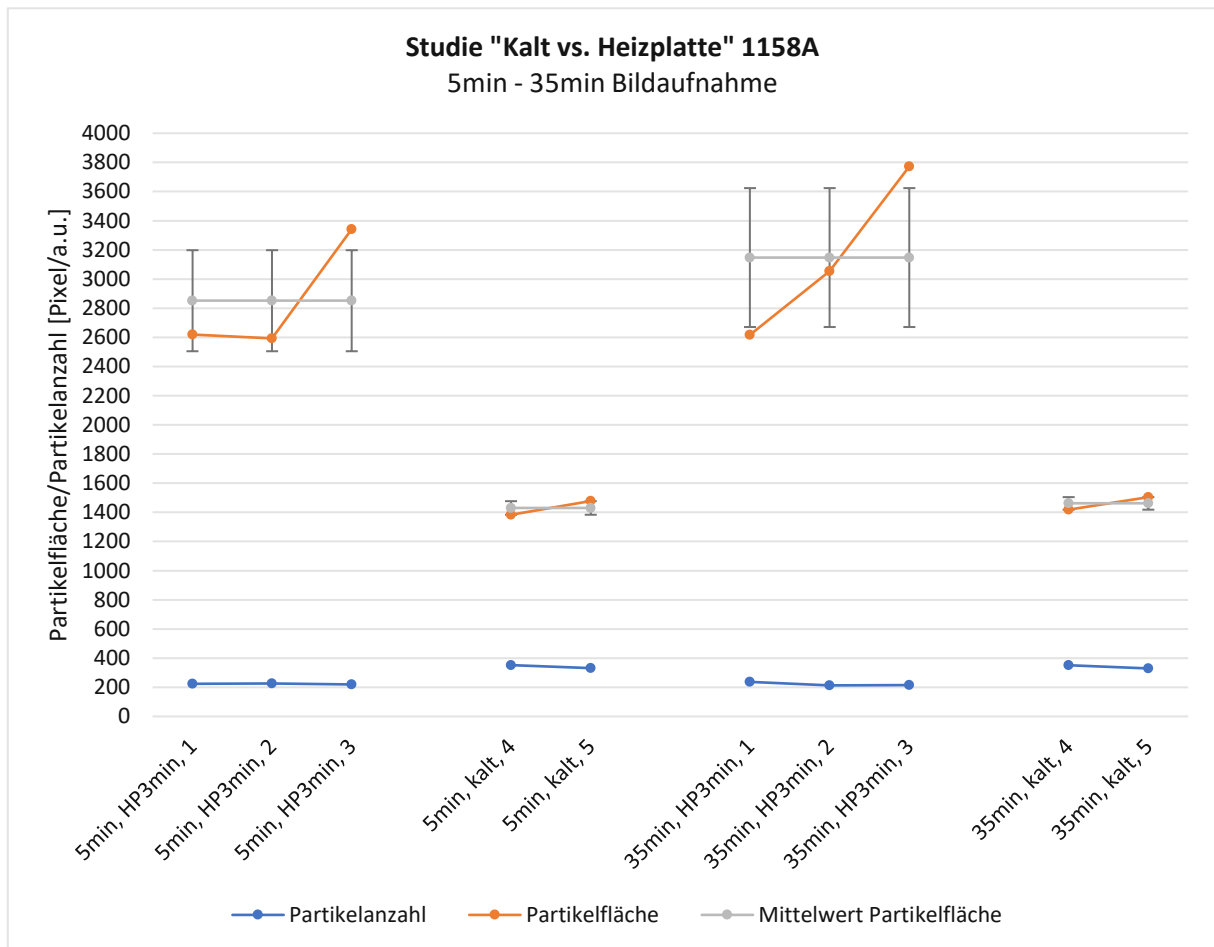


Diagramm 9: Auswertungen zur Studie „Kalt vs. Heizplatte“

4.1.5 Studie zum Durchrührversuch

Die Auswertungen der ungerührten Proben in Diagramm 10 und Tabelle 8 zeigen weniger Partikel mit größeren Partikelflächen. Es kann somit interpretiert werden, dass durch das Rühren das Ausbilden der Mikrostruktur in geringem Maße gestört wird. Durch diese Störung werden die Partikel beim Wachsen gehindert.

Tabelle 8: Ergebnisse Durchrührversuch 1158A

	Gerührtes Bitumen	Ungerührtes Bitumen
Spannweite Partikelfläche	2000 – 2500	2700 - 2900
Durchschnittliche Partikelanzahl	280	220

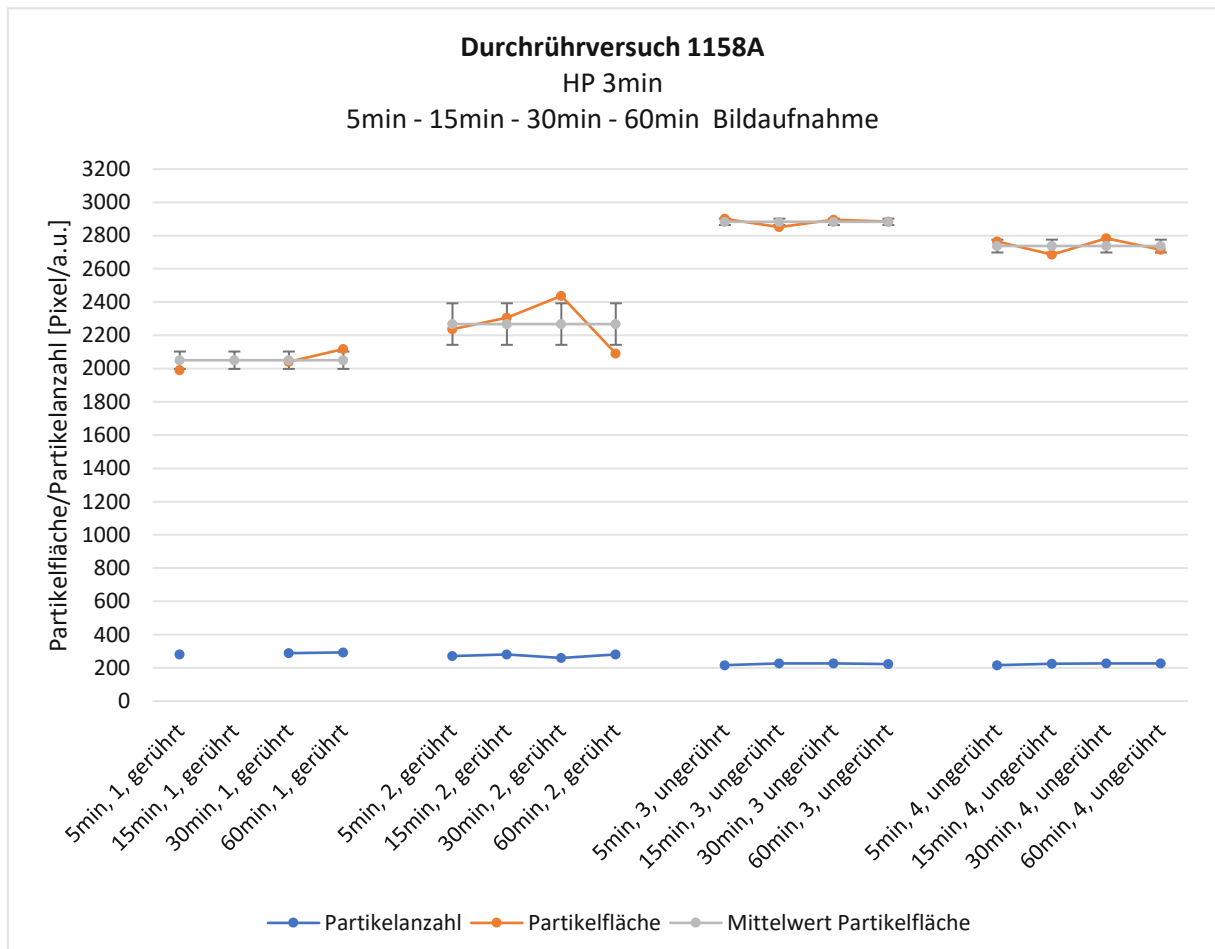


Diagramm 10: Durchrührversuch 1158A

4.1.6 Studie Ofen

Der Vergleich von Tabelle 9 bzw. Diagramm 11 zwischen den beiden Probenvorbereitungen (Ofen mit und ohne Deckel) zeigt keinen markanten Unterschied in der Partikelfläche und der Partikelanzahl. Auch der Vergleich zur später gewählten Probenvorbereitung, bei der das Bitumen mit Hilfe einer Heizplatte erwärmt wird, zeigt keine großen Differenzen. In Tabelle 9 ist die Partikelfläche für eine Heizplattentemperatur von 150°C mit 1700 – 2300 angegeben. Hier ist keine Differenz zu den Bitumen im Ofen erkennbar. In der Partikelanzahl ist jedoch eine geringe Differenz zwischen den Probenvorbereitungen ersichtlich. So besitzt die Standardprobenvorbereitung im Schnitt 230 Partikel, und die Probenvorbereitung mit Hilfe des Ofens zeigt durchschnittlich 310 Partikel.

Tabelle 9: Ergebnisse zur Studie Ofen 1158A

	Ofen – ohne Deckel	Ofen – mit Deckel
Spannweite Partikelfläche	1800 - 2400	1700 - 2300
Durchschnittliche Partikelanzahl	310	310

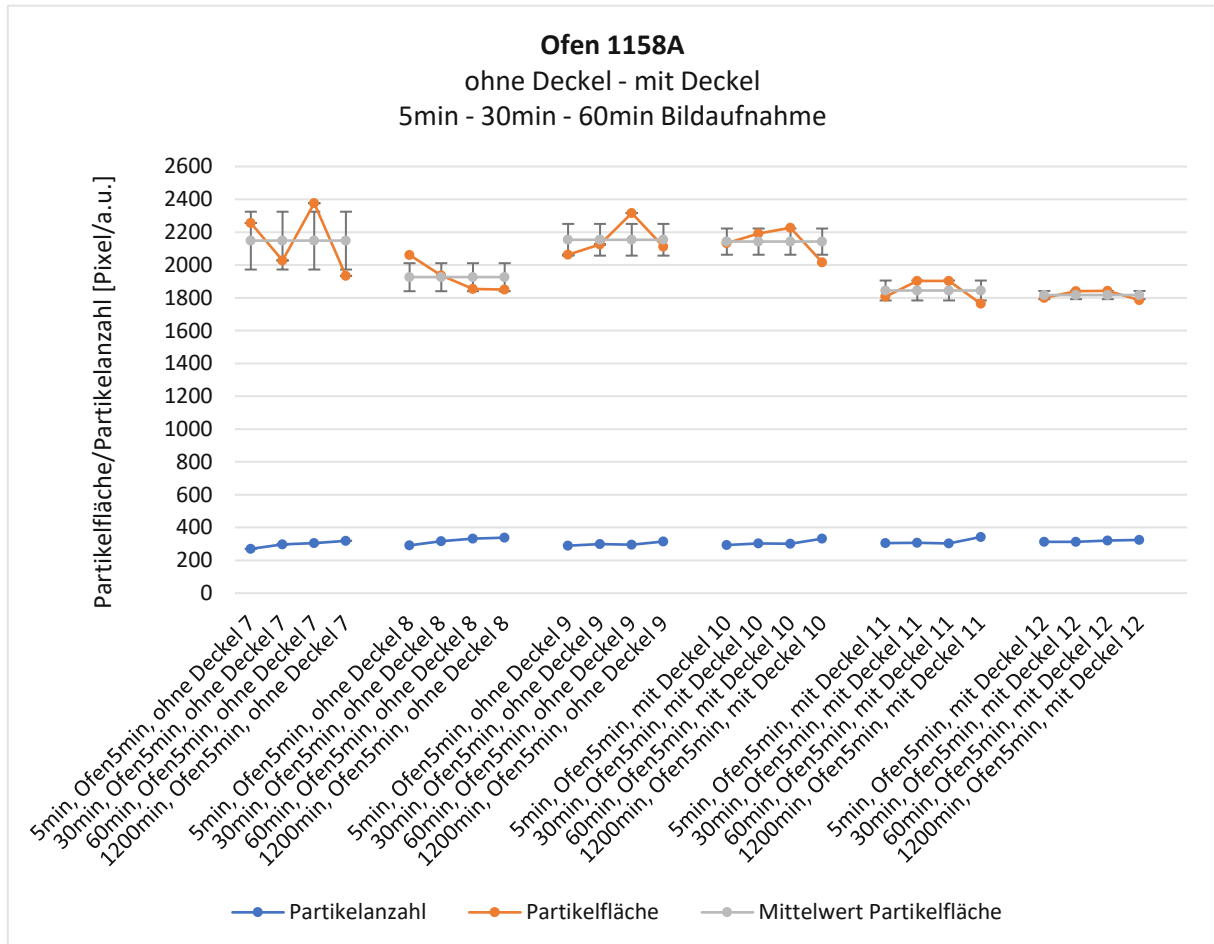


Diagramm 11: Auswertung Studie Ofen 1158A

4.1.7 Probenvorbereitung in der Silikonform

Für diese Studie wurde keine Auswertung mittels Tabellenprogramm angestellt. Die Analyse wurde nur auf Basis der Hellfeld- und Dunkelfeldaufnahmen durchgeführt.

Die Hellfeld- und Dunkelfeldbilder zeigen sowohl für das Bitumen 1158A (Siehe Abb. 26 und Abb. 27) als auch für das Bitumen 1188A (Siehe Abb. 28 und Abb. 29) unterschiedlich große streuende Partikel. Da diese Partikel im Vergleich zu den Partikeln in den vorhergehenden Studien (Siehe Studie Heizplattenliegedauer auf Seite 32) ein unterschiedliches Aussehen zeigen, kann nicht von einer Bienchenstruktur ausgegangen werden. Lichtstreuende Partikel sind zwar ersichtlich, es würde jedoch weitere Untersuchungen benötigen, um einen Rückschluss auf diese Grenzflächen-Partikel zu erzielen.

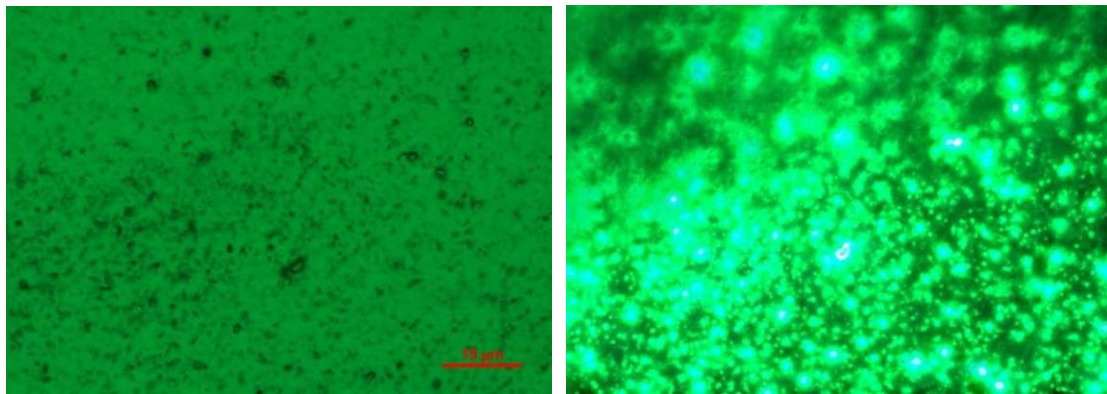


Abb. 26: Probenvorbereitung in der Silikonform: Hellfeld- (links) und Dunkelfeldaufnahme (rechts) von 1158A – Punkt 1

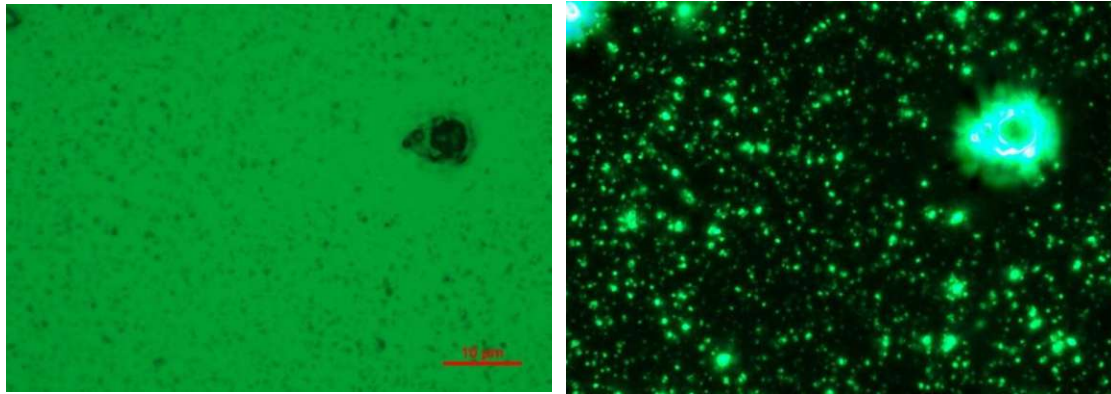


Abb. 27: Probenvorbereitung in der Silikonform: Hellfeld- (links) und Dunkelfeldaufnahme (rechts) von 1158A – Punkt 2

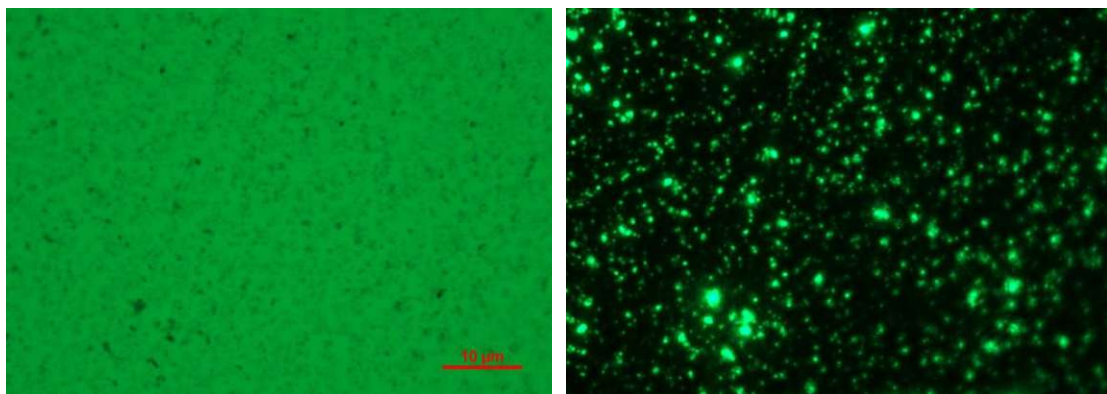


Abb. 28: Probenvorbereitung in der Silikonform: Hellfeld- (links) und Dunkelfeldaufnahme (rechts) von 1188A – Punkt 1

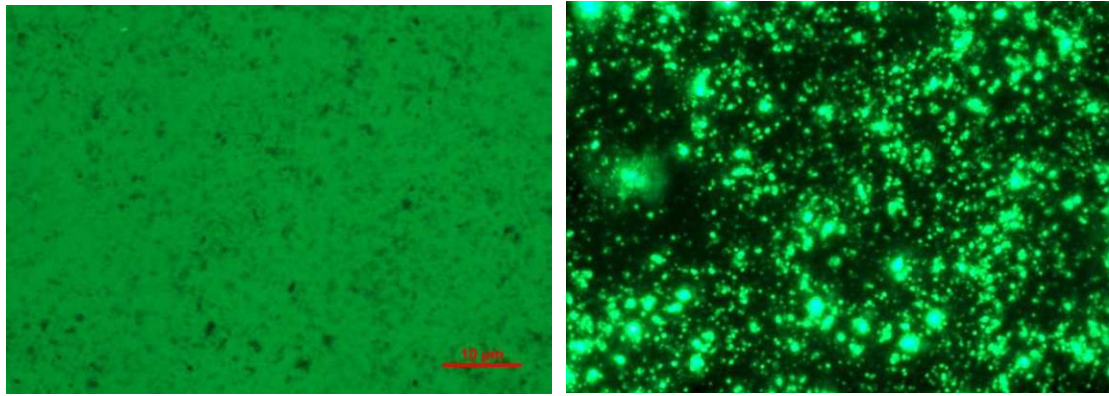


Abb. 29: Probenvorbereitung in der Silikonform: Hellfeld- (links) und Dunkelfeldaufnahme (rechts) von 1188A – Punkt 2

4.2 Hauptstudien

4.2.1 Bitumensorten

Direkt nach der Festlegung des gewählten Prüfverfahrens, bei dem das heiße Bitumen auf das bereits erwärmte Glasplättchen geschüttet wird, und nach 15-30 Sekunden von der Heizplatte genommen wird, wurden alle zu untersuchenden Bitumensorten analysiert. Die Durchschnittliche Partikelfläche und Partikelanzahl sind in nachstehender Tabelle 10 zusammengefasst.

Eine exemplarische Hellfeld- und Dunkelfeldaufnahme für die Bitumensorten ist in Abb. 30 bis Abb. 34 ersichtlich.

Tabelle 10: Ergebnisse zu den Bitumensorten

Laborcode	Bitumensorte	Raffinerie	Spannweite Partikelfläche	Durchschnittliche Partikelanzahl
B1158A	70/100	A	1500 - 2100	270
B1159A	50/70	A	1700 - 2300	230
B1160A	160/220	A	2000 - 3200	190
B1188A	70/100	B	600 - 800	120
B1189A	70/100	C	3000 - 3600	260

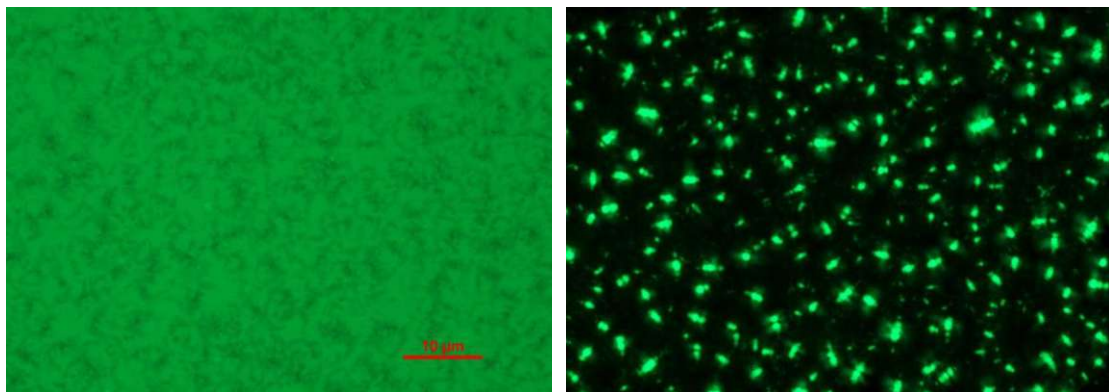


Abb. 30: Hellfeld- (links) und Dunkelfeldaufnahme (rechts) von 1158A

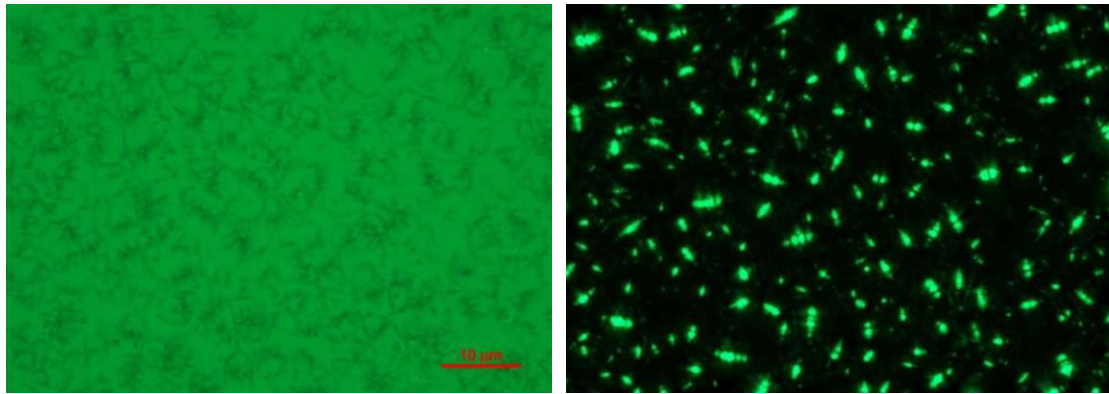


Abb. 31: Hellfeld- (links) und Dunkelfeldaufnahme (rechts) von 1159A

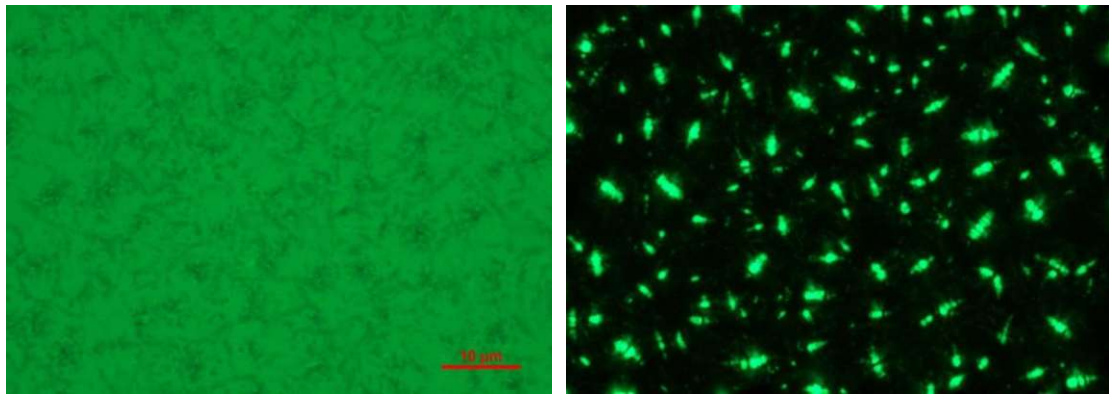


Abb. 32: Hellfeld- (links) und Dunkelfeldaufnahme (rechts) von 1160A

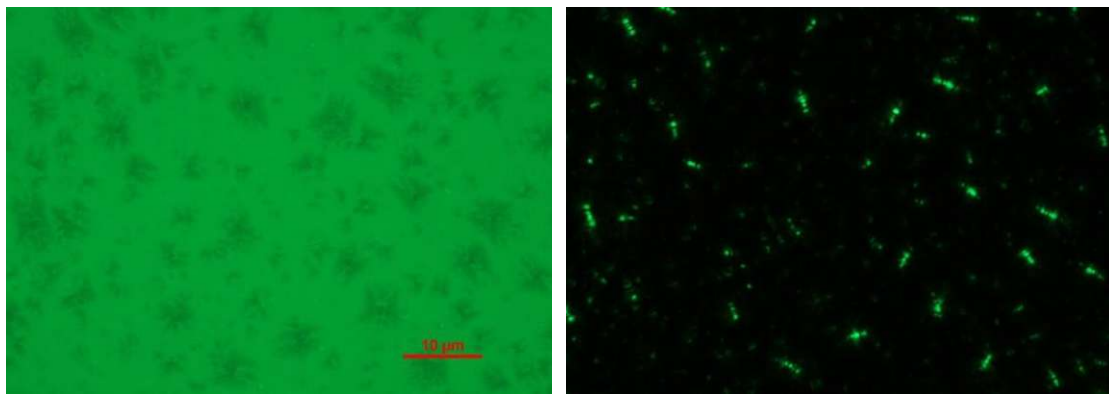


Abb. 33: Hellfeld- (links) und Dunkelfeldaufnahme (rechts) von 1188A

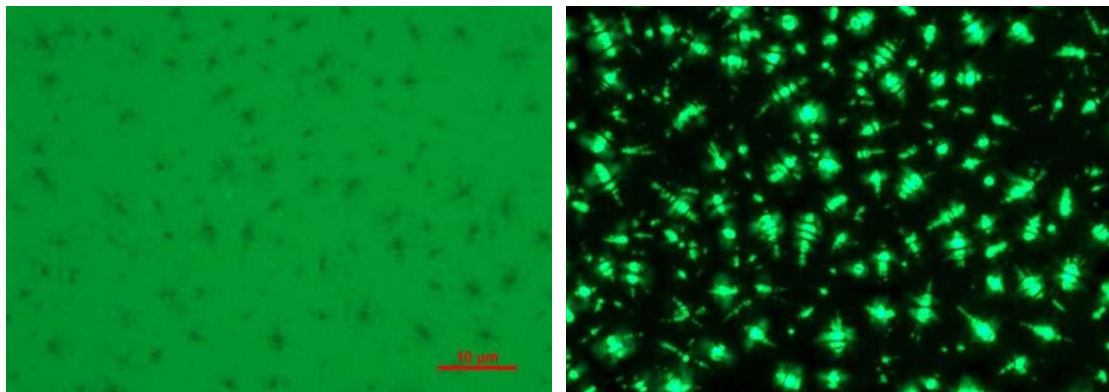


Abb. 34: Hellfeld- (links) und Dunkelfeldaufnahme (rechts) von 1189A

Ergebnisse und Interpretation

Im Diagramm 12 sind die Auswertungen für die Bitumensorten 1158A, 1159A und 1160A enthalten.

Das Bitumen 1160A, welches den geringsten Härtegrad symbolisiert, zeigt hierbei die größten Partikelflächen und die niedrigste durchschnittliche Partikelanzahl. Die Bitumen 1158A und 1159A zeigen relativ ähnliche Werte für die Partikelfläche. Anhand des Härtegrades ist allerdings kein Trend ablesbar.

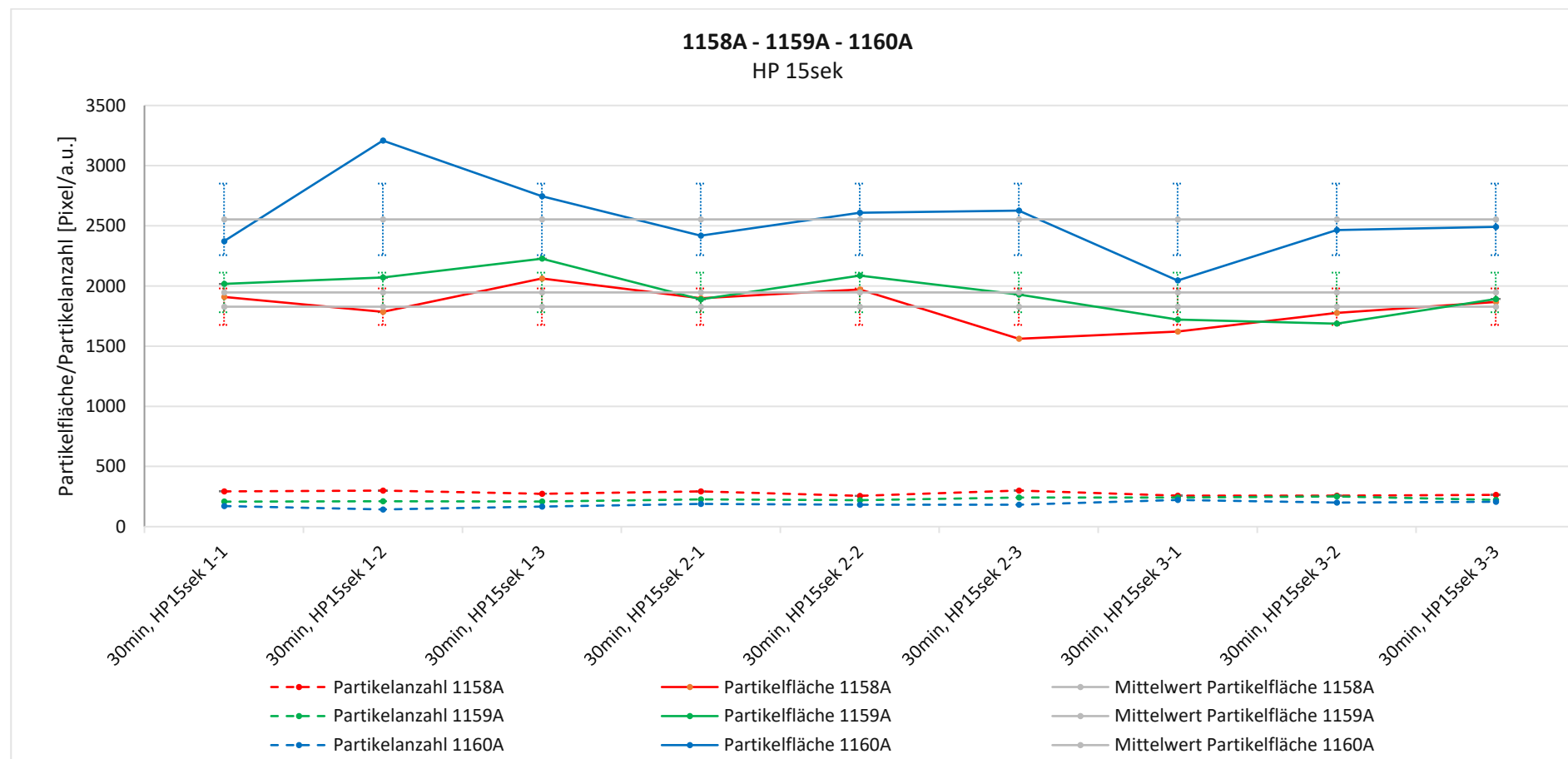


Diagramm 12: Auswertungen zu 1158A, 1159A und 1160A

Ergebnisse und Interpretation

Markante Unterschiede sieht man bei der Herkunft der Bitumen (Raffinerien bzw. Rohölquelle). Die Auswertungen zu den Bitumen 1188A und 1189A sind in Diagramm 13 dargestellt. Das Bitumen der Raffinerie B (1188A) weist sehr wenige, kleine Partikel auf. Das Bitumen der Raffinerie C (1189A), siehe Abb. 34, zeigt hingegen sehr viele und große Partikel.

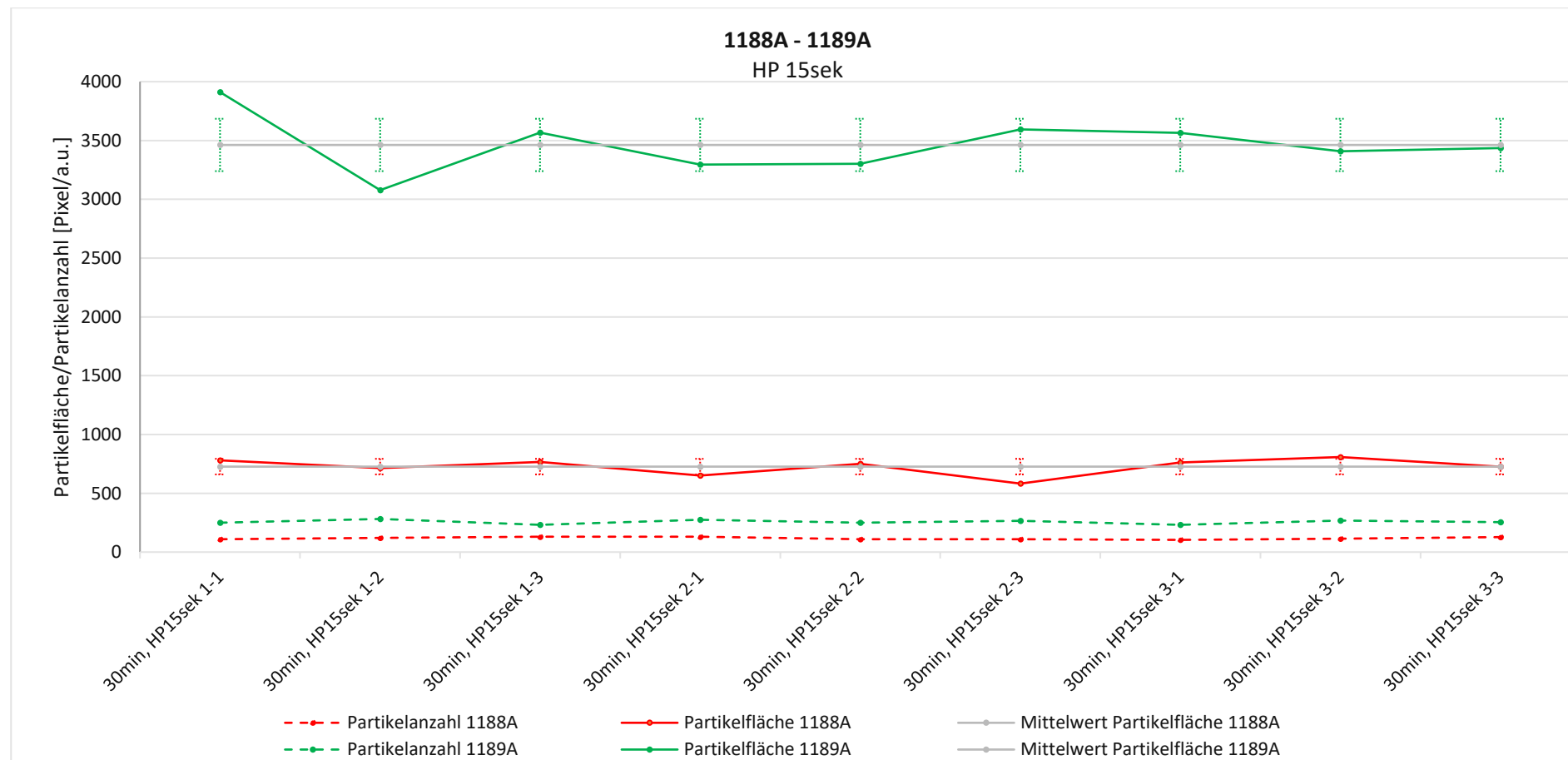


Diagramm 13: Auswertungen zu 1188A und 1189A

4.2.2 Zeitstudie

Eine weitere Fragestellung während der Diplomarbeit war, ob sich die Mikrostruktur mit steigender Lagerungsdauer verändert. Dafür wurde die gleiche Probe zu unterschiedlichen Zeitpunkten untersucht.

Die Positionen der gemessenen Bildausschnitte können mit Hilfe der Software gespeichert werden. Dadurch kann das Objektiv trotz zwischenzeitlicher Positionsänderung zu einem späteren Zeitpunkt wieder an die ursprüngliche Stelle gesetzt werden, um entsprechende Aufnahmen zu unterschiedlichen Zeitpunkten wiederholen zu können. Da die Untersuchungen auf der Mikroebene stattfinden, kann die genaue Position des Bitumens nicht garantiert werden. Es kann trotz Koordinatenspeicherung zu geringen Verschiebungen (einige Mikrometer) kommen.

In der anschließenden exemplarischen Abbildung ist zu erkennen, dass sich der Bildausschnitt, trotz Koordinatenspeicherung verschoben hat. Durch diese Verschiebungen kommt es zu einer minimal unterschiedlichen Auswertung der Partikelfläche und der Partikelanzahl.

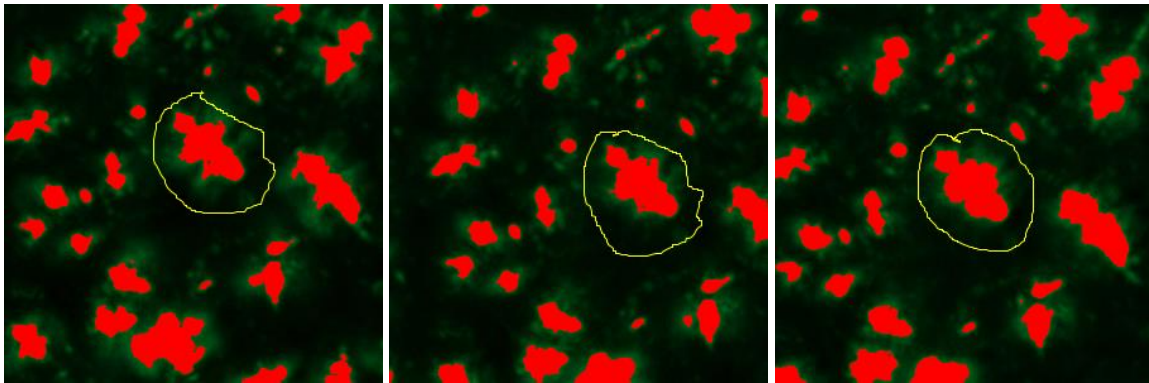


Abb. 35: Einzelpartikelanalyse 1158A

Im Diagramm 14 ist die Zeitauswertung für das Bitumen 1158A ersichtlich. Es ist zu erkennen, dass die Standardabweichung der Partikelfläche innerhalb eines Punktes sehr gering ist. Die Partikelfläche schwankt jedoch ein wenig zwischen den unterschiedlich aufgenommenen Punkten.

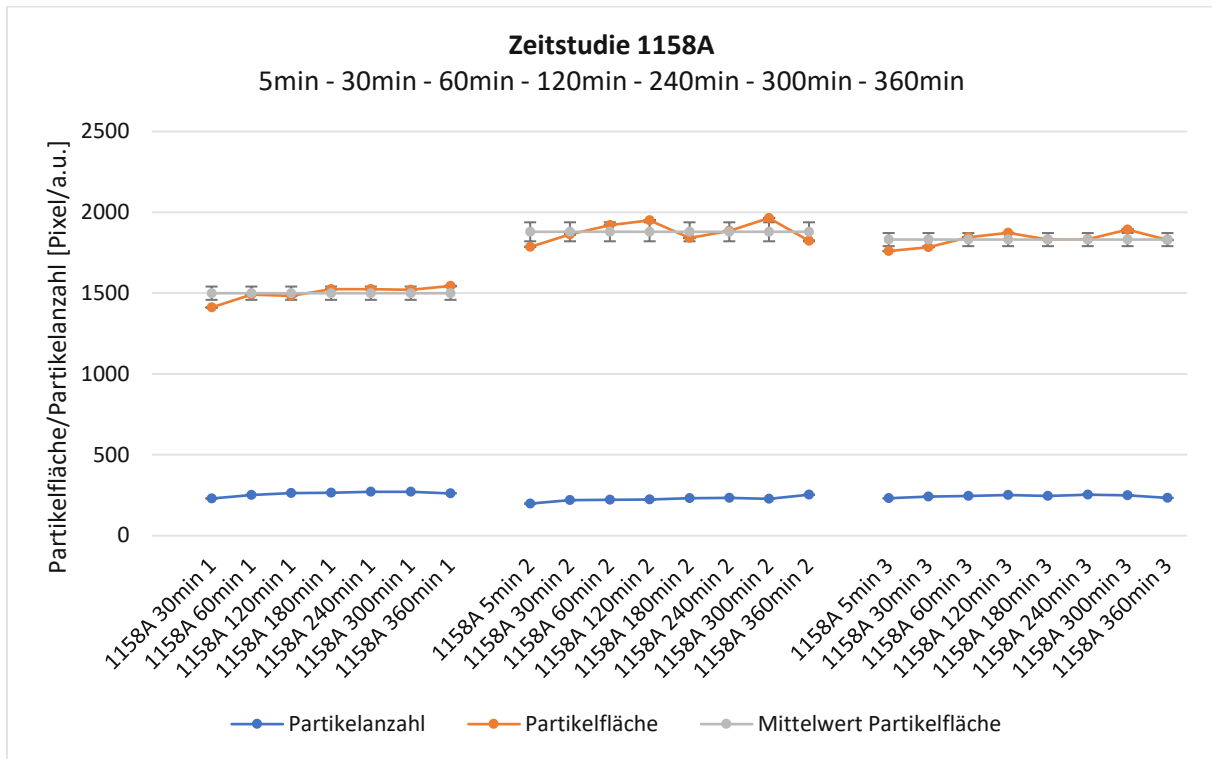


Diagramm 14: Zeitstudie 1158A (5 - 360min)

Auch für das Bitumen 1159A wurden sehr geringe Standardabweichungen für die Partikelfläche erzielt (siehe Diagramm 15). Die Differenz zwischen den einzelnen Punkten ist ebenfalls sehr gering. Die Reproduzierbarkeit der Mikroskop-Aufnahmen scheint hier sehr hoch zu sein.

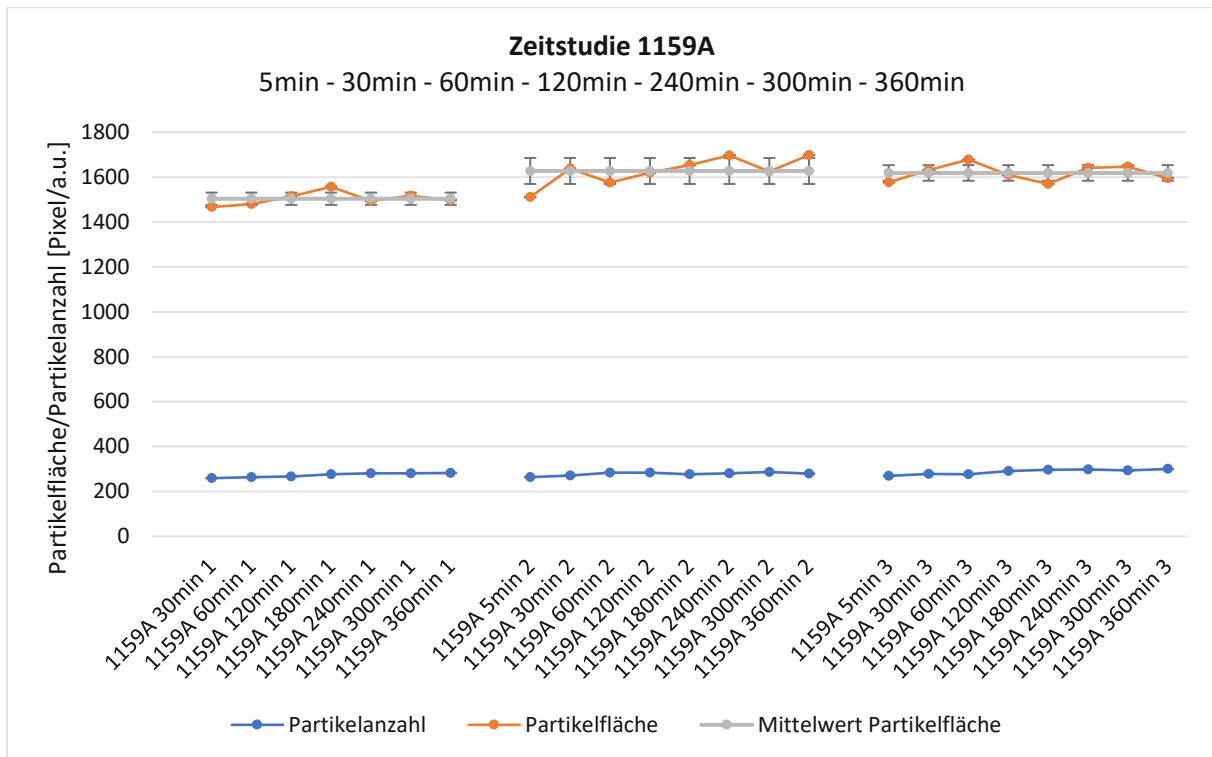


Diagramm 15: Zeitstudie 1159A (5-360min)

Das Bitumen 1160A zeigt grundsätzlich höhere Partikelflächen als die Bitumen 1158A und 1159A. Die geringe Standardabweichung im Diagramm 16 könnte ein Anzeichen dafür sein, dass sich die Partikelfläche mit einer längeren Zeitdauer nicht maßgebend ändert. Dies würde jedoch einigen Studien widersprechen, die eine Änderung der Partikelfläche mit der Zeit festgestellt haben.

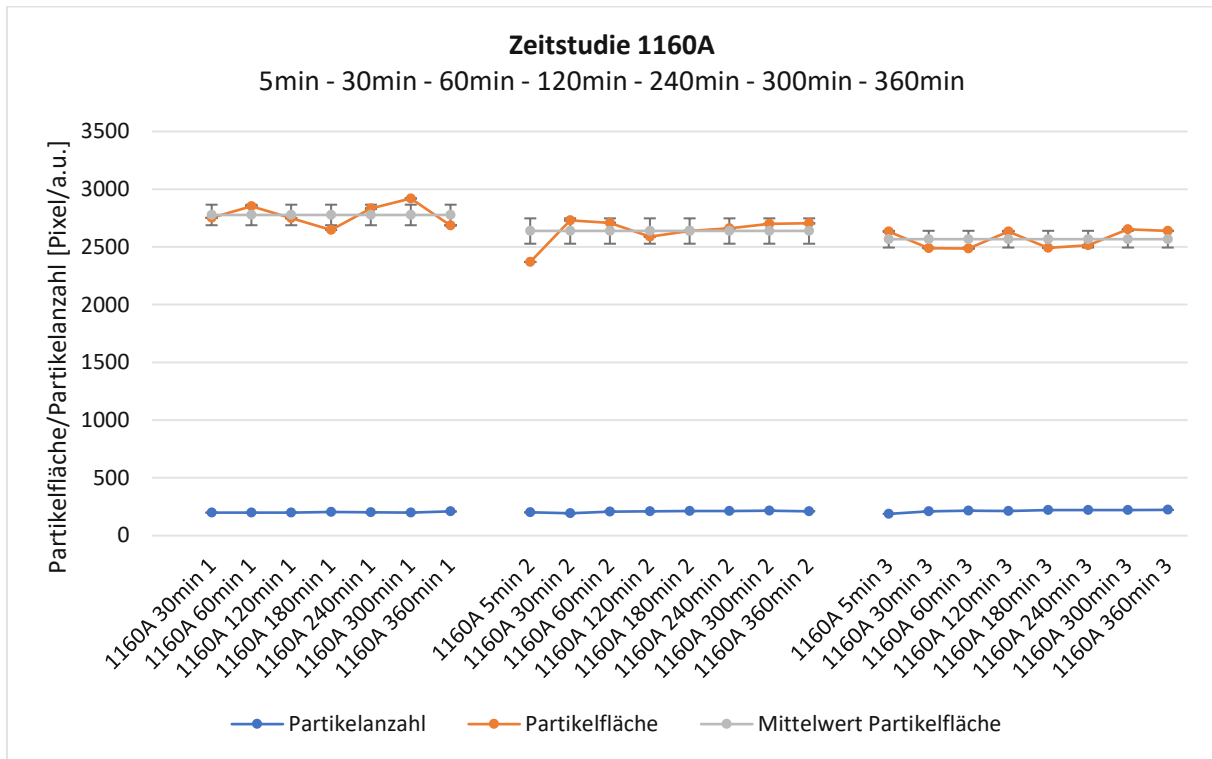


Diagramm 16: Zeitstudie 1160A (5-360min)

Die Partikelfläche für das Bitumen 1188A zeigt geringe Unterschiede zwischen den Punkten. Die Standardabweichung innerhalb eines Punktes ist allerdings sehr gering. Was wiederum bedeuten könnte, dass sich die Mikroskop-Aufnahmen innerhalb einer Bitumensorte geringfügig unterscheiden, die Aufnahme eines Punktes jedoch sehr gut reproduzierbar ist. Wie im Diagramm 17 ersichtlich, zeigt die erste Bitumenprobe leicht erhöhte Werte für die Partikelanzahl.

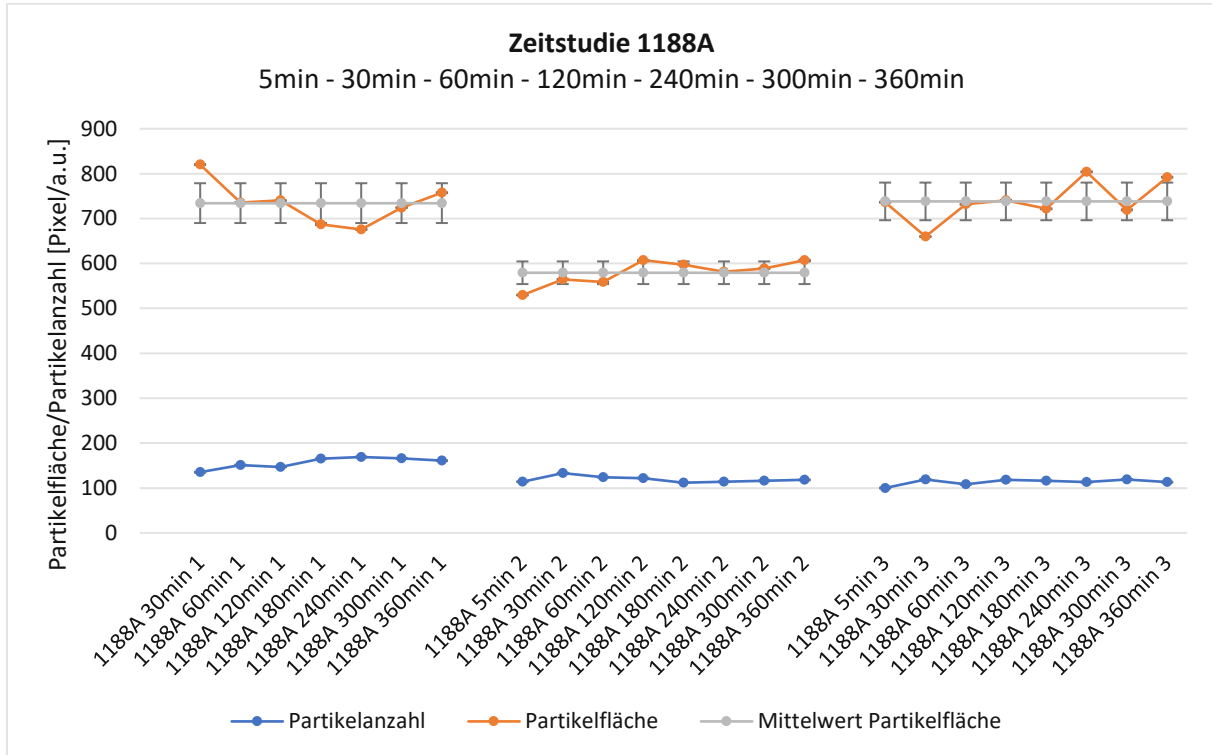


Diagramm 17: Zeitstudie 1188A (5-360min)

In der Zeitstudie 1189A, welche im Diagramm 19 dargestellt ist, sind annähernd gleiche Partikelflächen und Partikelanzahl ersichtlich.

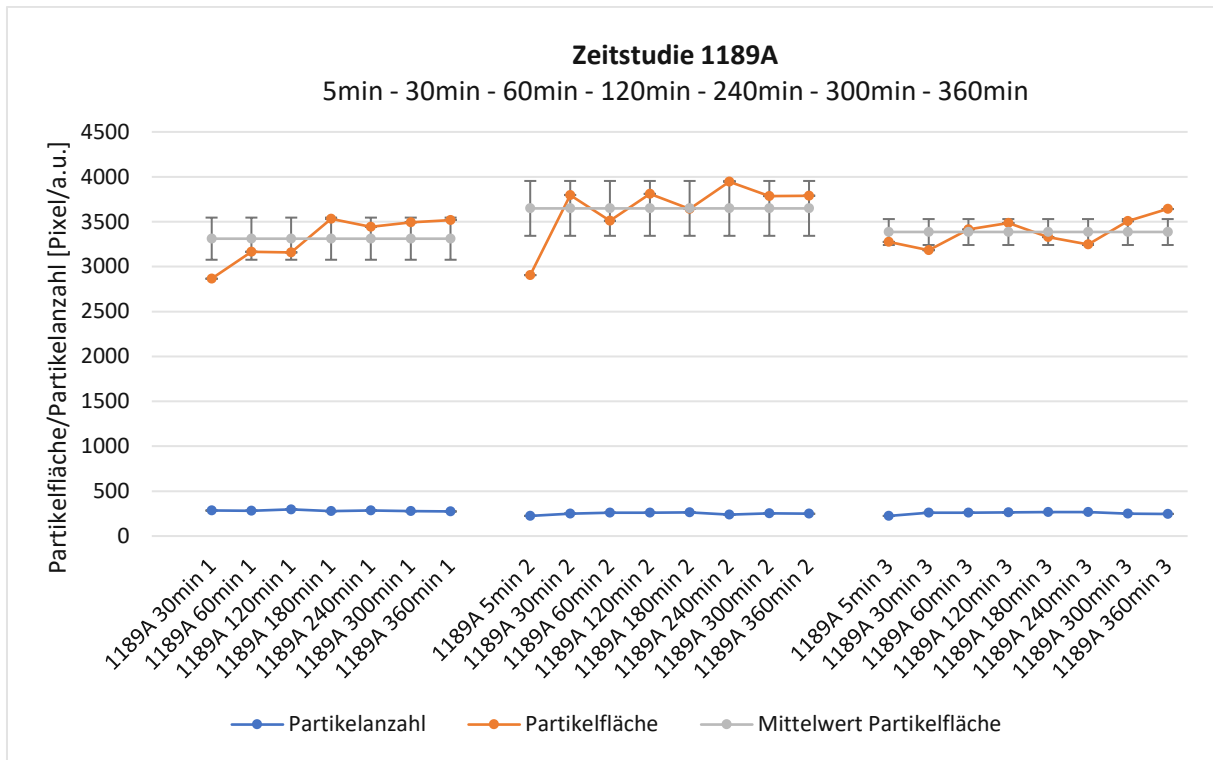


Diagramm 18: Zeitstudie 1189A (5-360min)

Ergebnisse und Interpretation

Es wurden die Bitumensorten 1158A, 1188A und 1189A in einer weiteren Zeitstudie zur Abdeckung längerer Zeitintervalle untersucht. Im Diagramm 19 sind die Ergebnisse zur Zeitstudie 1158A ersichtlich. Es sind keine Trends hinsichtlich der Partikelfläche erkennbar.

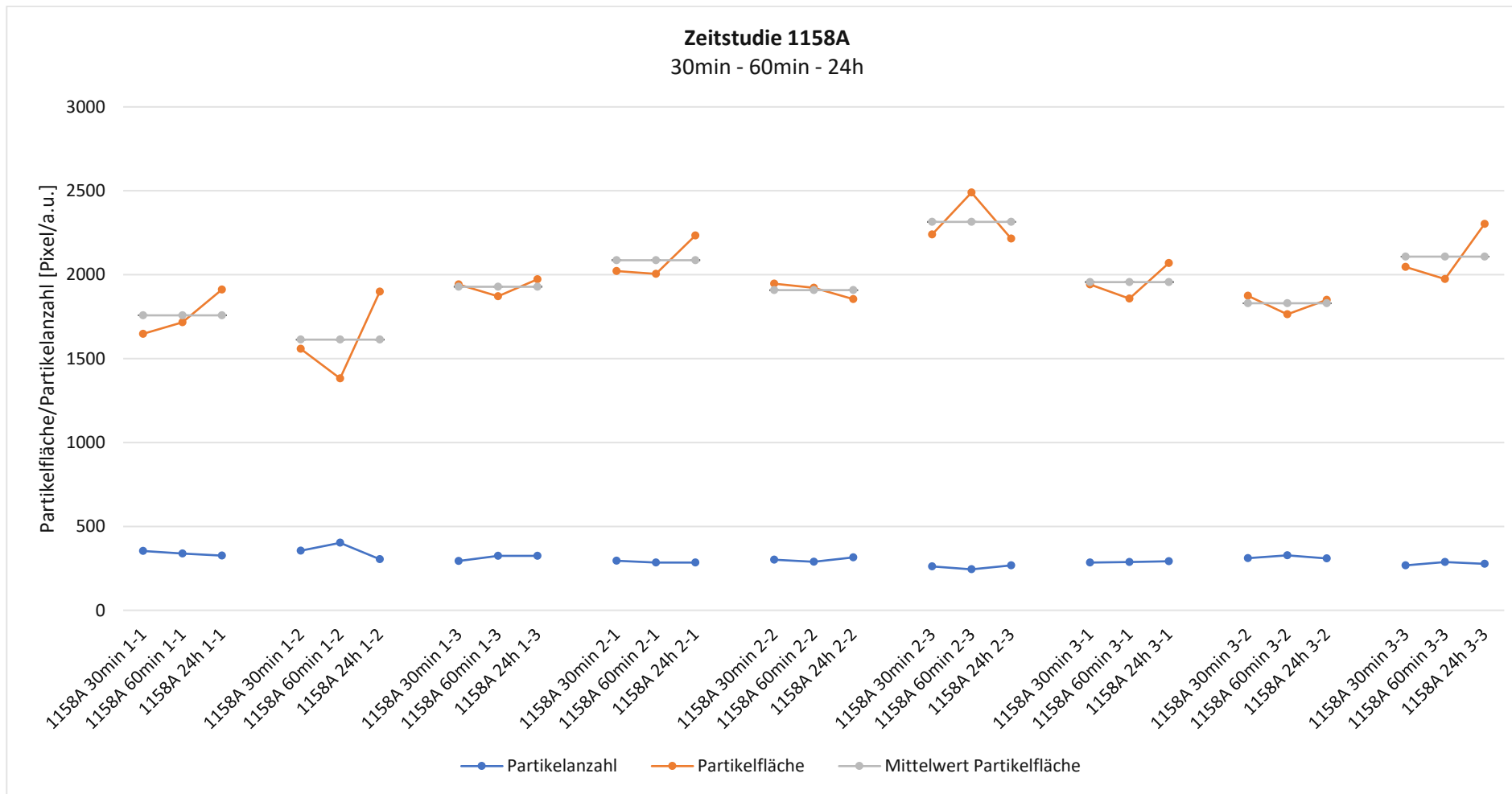


Diagramm 19: Zeitstudie 1158A (30min - 24h)

Ergebnisse und Interpretation

Die erweiterte Zeitstudie für das Bitumen 1188A sind in Diagramm 20 ersichtlich. Die Werte für die Partikelfläche zeigen relativ große Differenzen innerhalb eines Punktes. Die Differenz zwischen den unterschiedlichen Punkten ist ebenfalls beträchtlich.

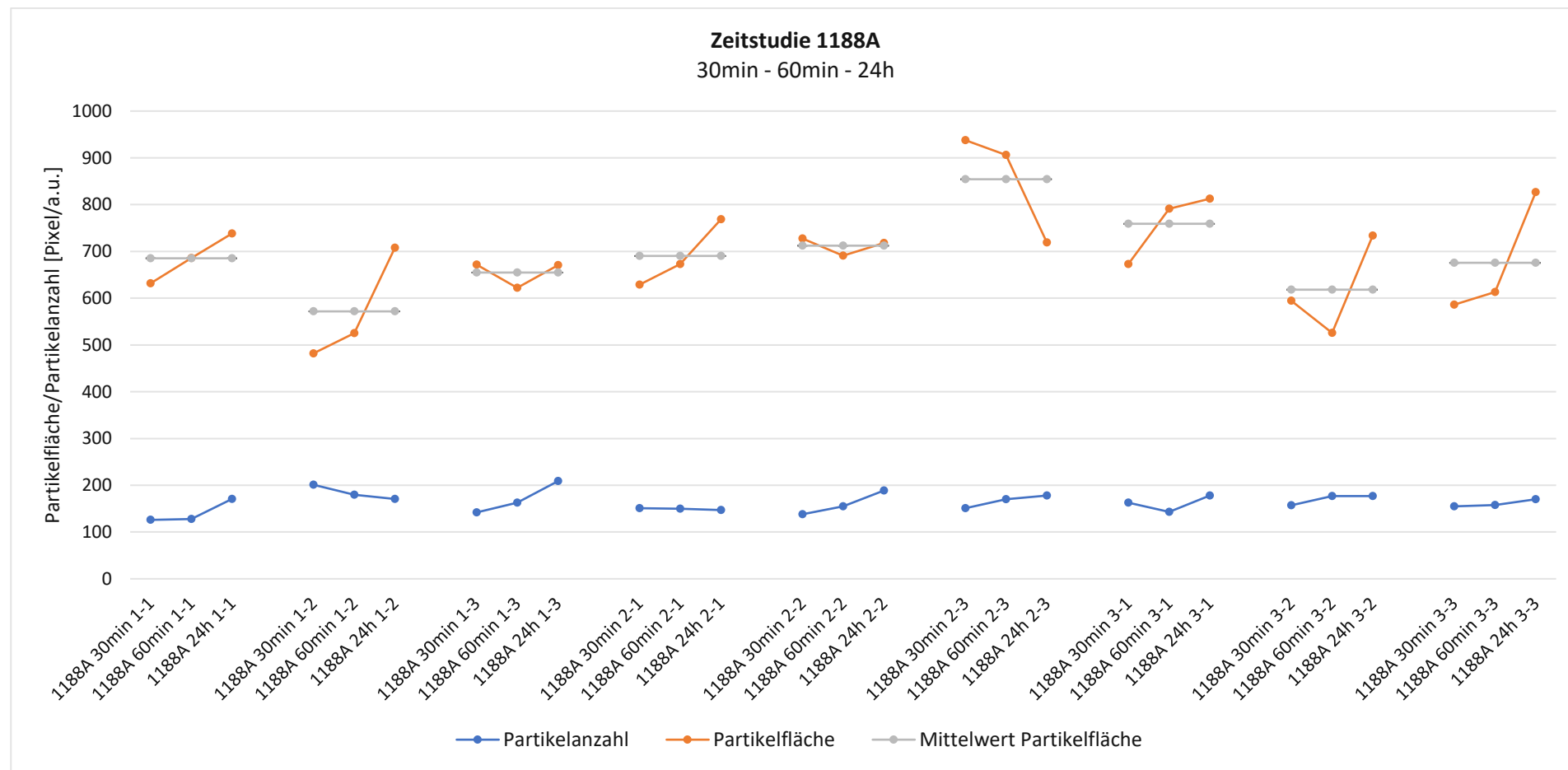


Diagramm 20: Zeitstudie 1188A (30min - 24h)

Ergebnisse und Interpretation

Die Werte für die Partikelfläche des Bitumens 1189A (Diagramm 21) zeigt im Gegensatz zum Bitumen 1188A relativ konstante Werte. Die Standardabweichung ist ebenfalls sehr gering.

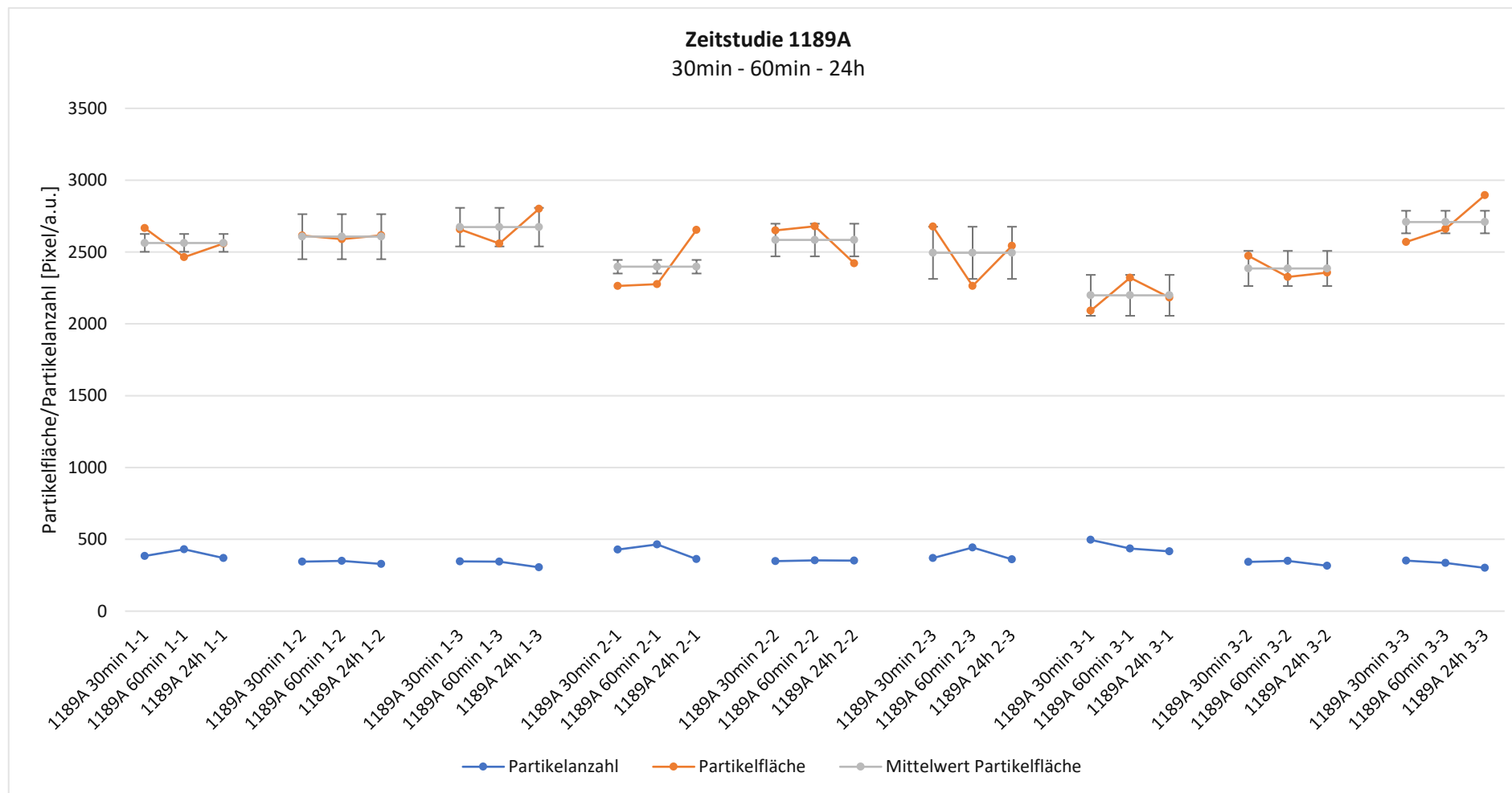


Diagramm 21: Zeitstudie 1189A (30min - 24h)

4.2.3 Alterungsstudie

In der Alterungsstudie wurden jeweils ungealterte Bitumen mit RTFOT und RTFOT+PAV gealterten Proben verglichen. Weiters wurde der Einfluss von mehreren Alterungszyklen (Mehrfach-PAV) untersucht. Hierbei sollte festgestellt werden, wie sie sich die Mikrostrukturen im Verlauf der Kurz- und Langzeitalterung verändern. Eine Zusammenfassung der Ergebnisse ist in Tabelle 11 ersichtlich.

Tabelle 11: Ergebnisse zur Alterungsstudie

Bitumensorte	Probennummer	Spannweite Partikelfläche	Durchschnittliche Partikelanzahl
1158A	Ungealtert	1100 - 1600	360
1158B	RTFOT	1500 - 2100	340
1158C	PAV	1300 - 2000	330
1159A	Ungealtert	1200 - 1600	330
1159B	RTFOT	800 - 1100	270
1159C	PAV	1200 - 1900	330
1160A	Ungealtert	1600 - 2000	270
1160B	RTFOT	1700 - 2300	330
1160C	PAV	2200 - 2700	310
1188A	Ungealtert	500 - 700	140
1188B	RTFOT	Ausreißer	Ausreißer
1188C	PAV	600 - 900	160
1189A	Ungealtert	1800 - 2900	360
1189B	RTFOT	1200 - 1400	200
1189C	PAV	1400 - 2400	500
1158C	1x PAV	2200 - 2700	250
1158C	2x PAV	1900 - 2200	250
1158C	3x PAV	2200 - 2600	230

Ergebnisse und Interpretation

Das Diagramm 22 zeigt die Alterung des Bitumens 1158. Das RTFOT-galterte Bitumen zeigt größere Partikel als das ungealterte Bitumen. Auch durch die PAV-Alterung sind die Partikel geringfügig größer ausgebildet als das ungealterte Bitumen. Die Werte für die Partikelanzahl weichen nur gering voneinander ab.

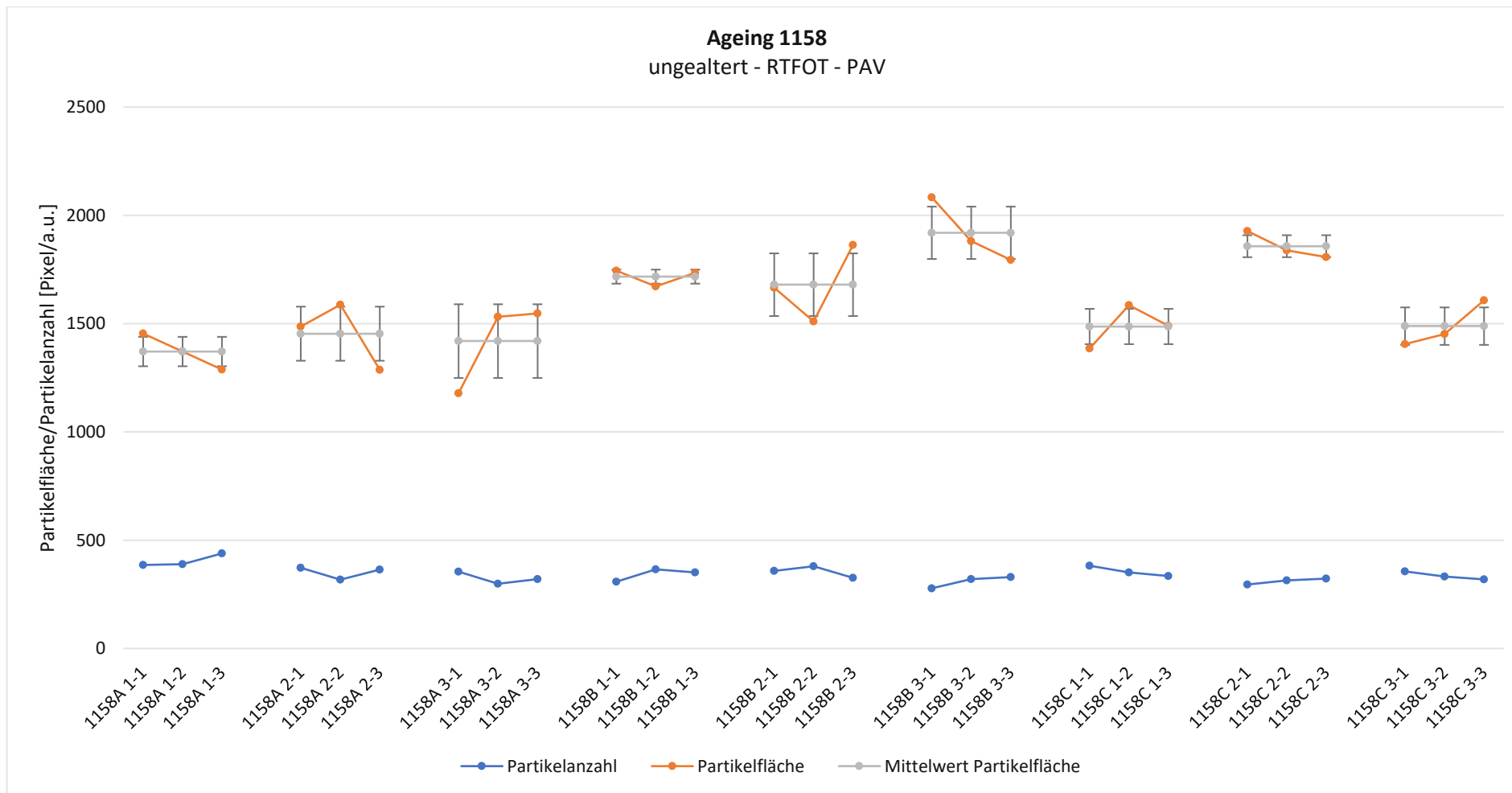


Diagramm 22: Alterungsstudie 1158

Ergebnisse und Interpretation

Die Auswertungen des Bitumens 1159 sind im Diagramm 23 ersichtlich. Hier zeigen die RTFOT-Aufnahmen deutlich weniger und kleinere Partikel als im ungealterten oder PAV-gealterten Bitumen. Das ungealterte Bitumen und das PAV-gealterte Bitumen zeigen ähnliche Werte für die Partikelfläche.

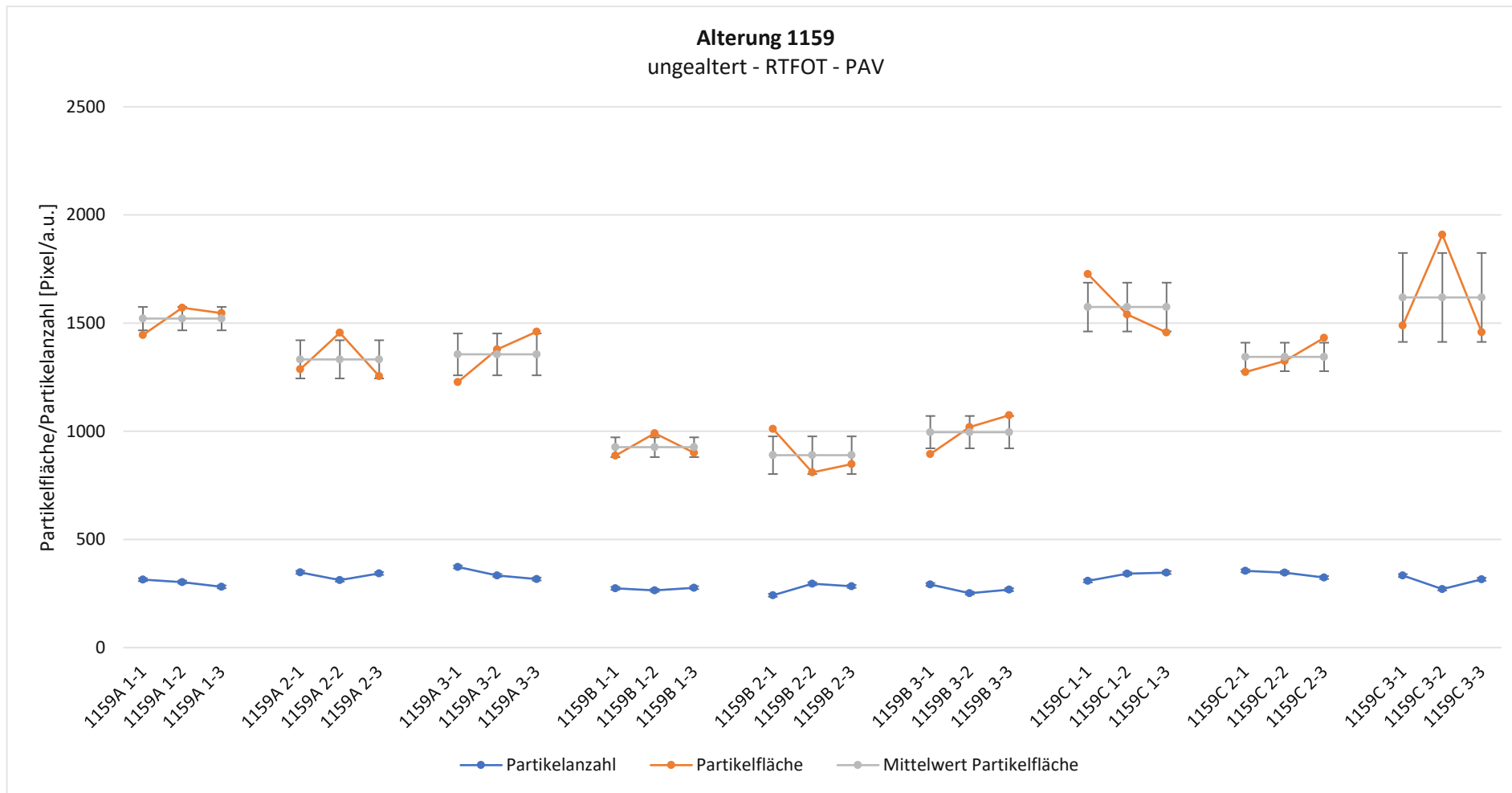


Diagramm 23: Alterungsstudie 1159

Ergebnisse und Interpretation

Das Bitumen 1160 zeigt einen kleinen Trend (siehe Diagramm 24). Mit zunehmender Alterung steigt die Partikelfläche an. Zur Partikelanzahl kann kein Trend abgelesen werden.

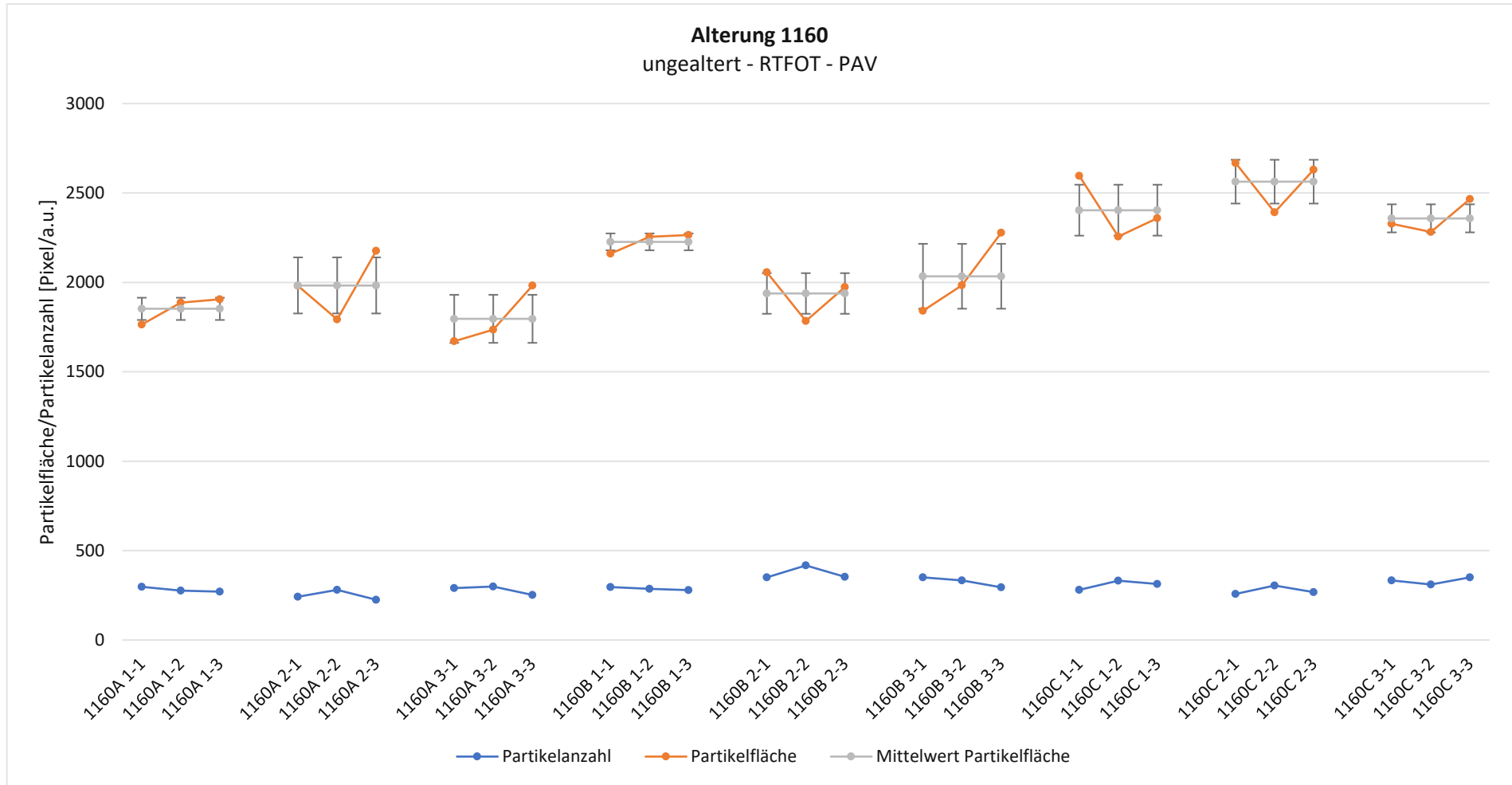


Diagramm 24: Alterungsstudie 1160

Ergebnisse und Interpretation

Aufgrund der sehr großen Partikelfläche beim RTFOT gealterten Bitumen von 1188 wurde dieses im Diagramm 25 entfernt. Die Auswertung zum RTFOT- Bitumen dürfte hier fehlerhaft sein. Das PAV-gealterte Bitumen zeigt, wie beim Bitumen 1160, eine steigende Partikelfläche.

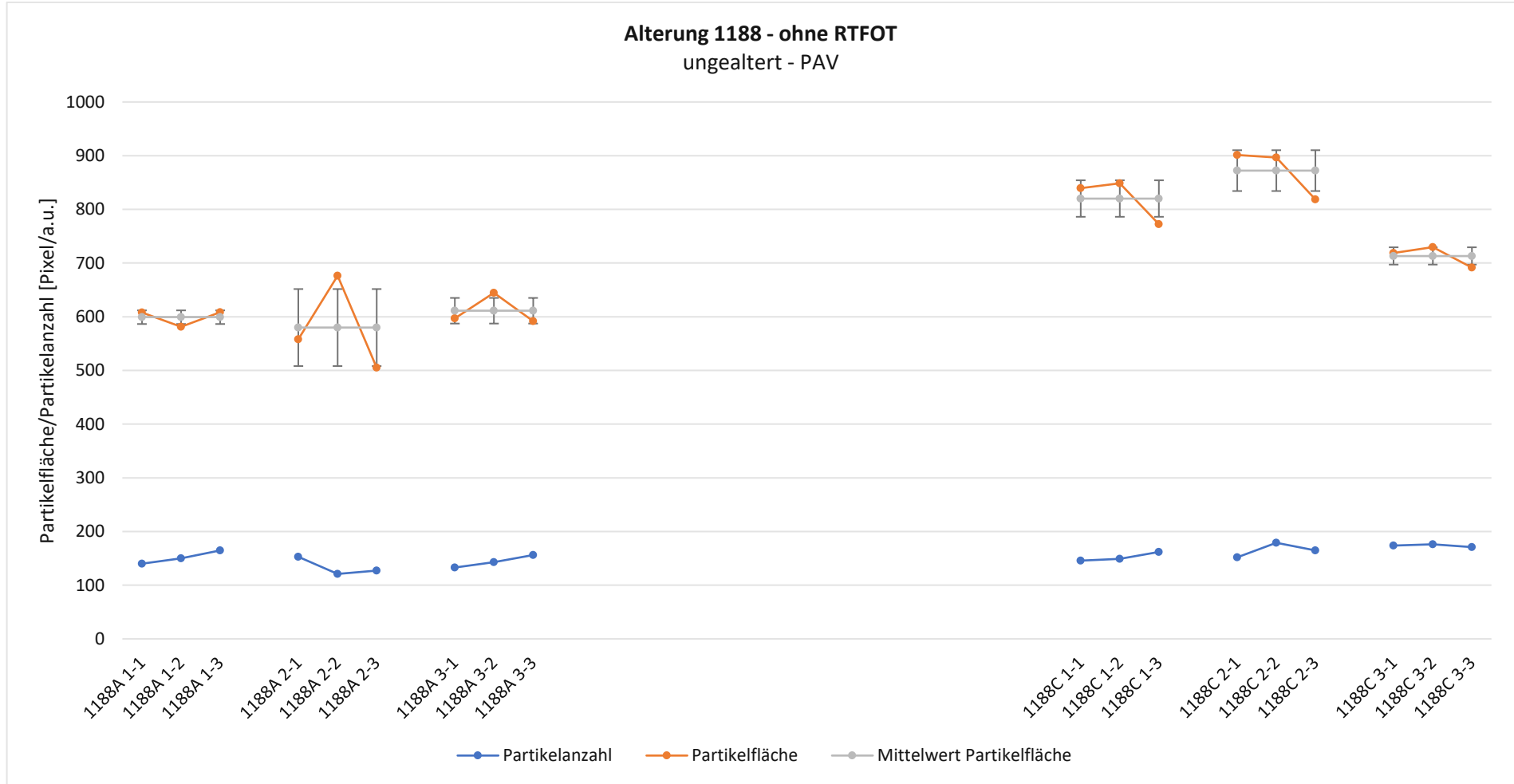


Diagramm 25: Alterungsstudie 1188 ohne RTFOT

Ergebnisse und Interpretation

Das Diagramm 26 zeigt die Alterung des Bitumens 1189. Im Gegensatz zu den anderen Bitumen zeigt sich hier, dass mit steigender Alterung die Partikel kleiner werden. Besonders niedrige Partikel zeigt hier das RTFOT-Bitumen.

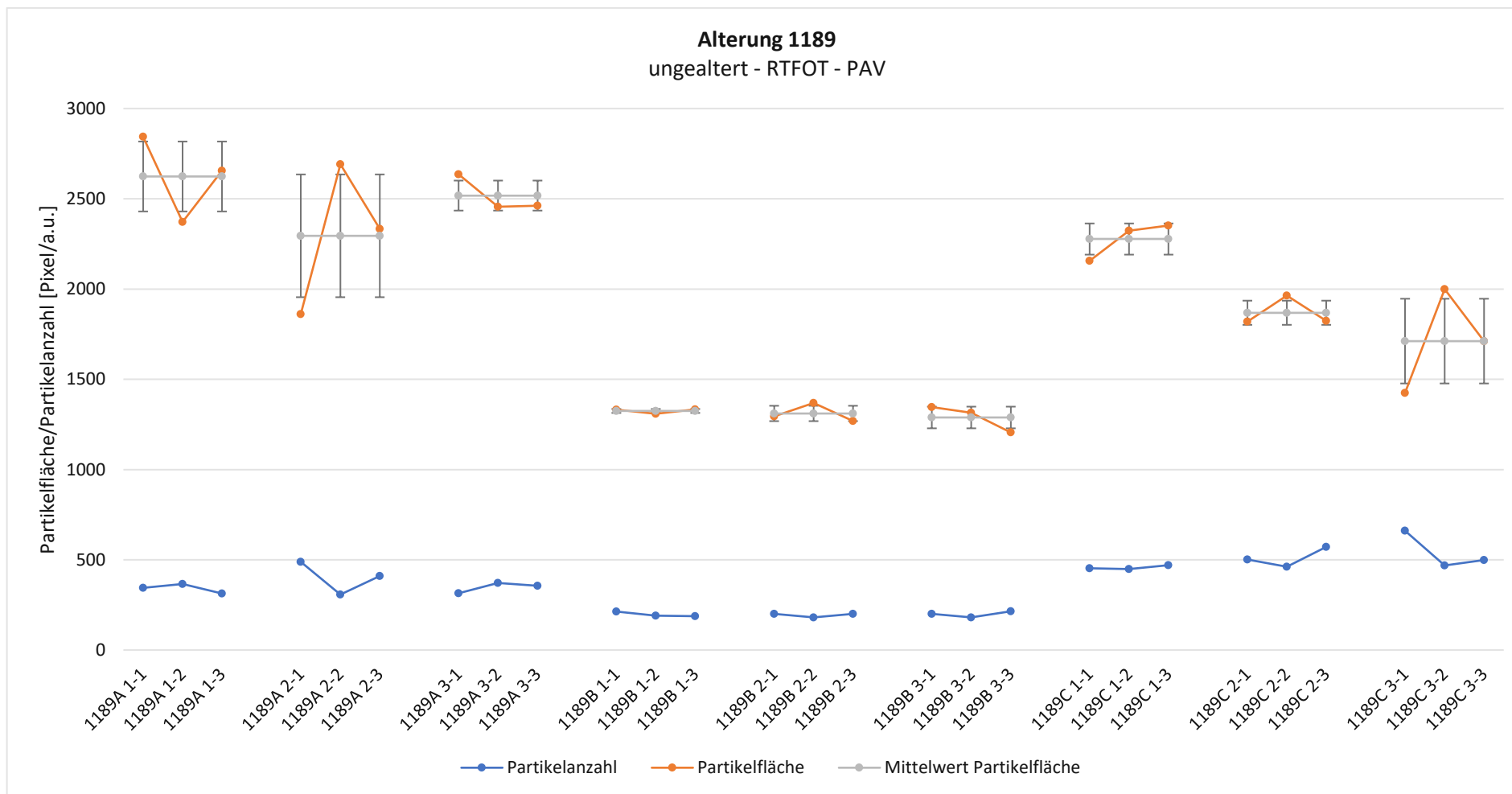


Diagramm 26: Alterungsstudie 1189

Ergebnisse und Interpretation

Im Diagramm 27 wurden die Auswertungen des Mehrfach-PAVs dargestellt. Das 2xPAV zeigt etwas kleinere Partikel als das 1xPAV. Das 3xPAV reiht sich zwischen 1xPAV und 2xPAV ein.

Alle Auswertungen (siehe Tabelle 11) zeigen keine markanten Trends hinsichtlich der Partikelfläche oder der Partikelanzahl. Das lässt darauf schließen, dass eine künstliche Alterung zwar die Mikrostruktur verändert, diese Änderung aber variieren kann.

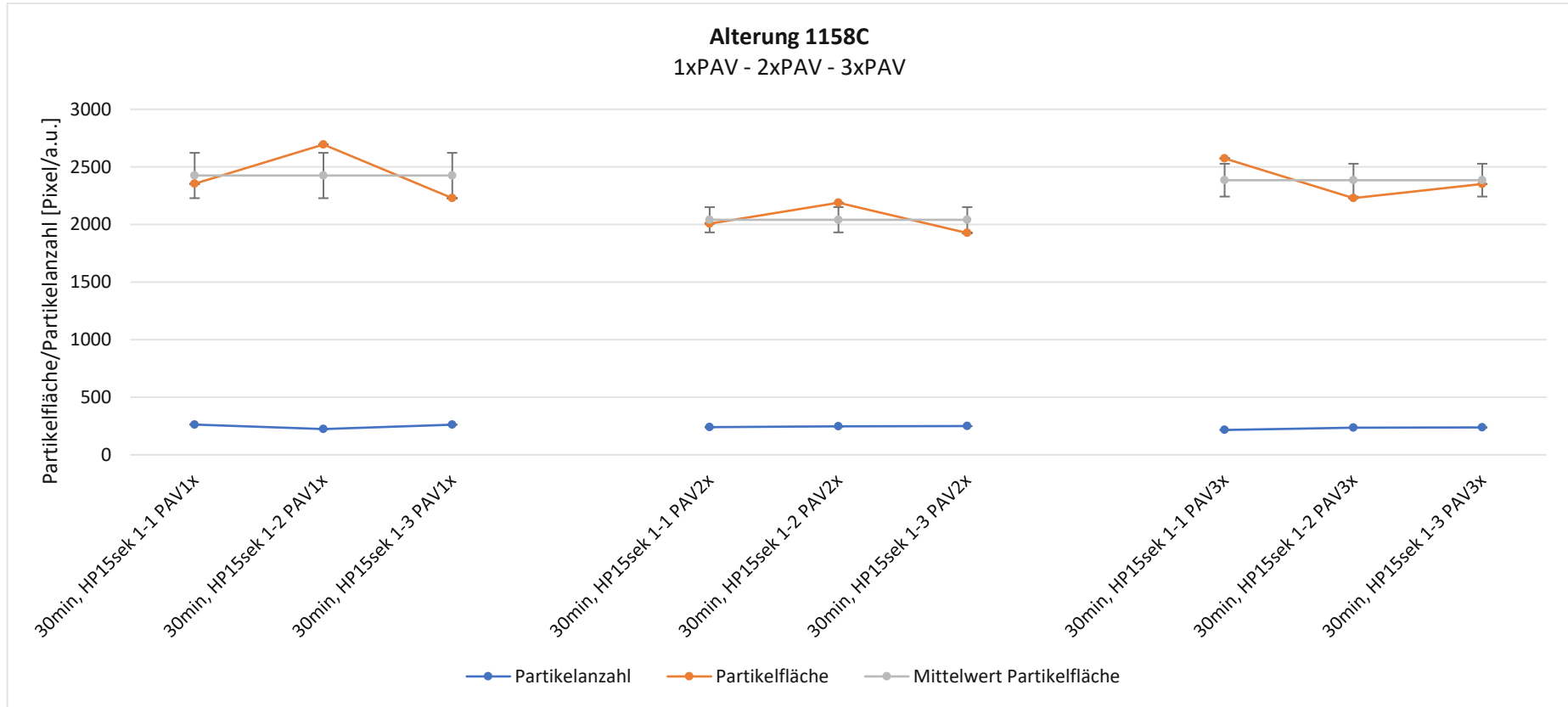


Diagramm 27: Alterungsstudie 1158C -PAV

4.2.4 Malten- und Asphaltstudie

Die Maltene des Bitumens 1158A sind in Abb. 36 H2 und D2 ersichtlich. Sie zeigen sowohl im Hellfeld als auch im Dunkelfeld kleinere Mikrostrukturen als im Ausgangsbitumen. Somit zeigt sich für diese Bitumensorte, dass die Asphaltene allein nicht für die Ausbildung der Mikrostruktur verantwortlich sind.

Im Kapitel 2.3 wurde der Vorgang des Zurückblendens beschrieben. Hierbei werden die Asphaltene, unter Zuhilfenahme eines Schuss Toluol, den Maltene untergerührt.

Das Zurückgeblendete Bitumen (H3 und D3) zeigt im Vergleich zum ursprünglichen Bitumen (H1 und D1) ebenfalls sehr viele kleine Strukturen. Entsprechend sind klare Differenzen vor und nach dem Blending zu sehen, was darauf rückschließen lässt, dass durch diese Art von Re-Homogenisierung kein Ausgangszustand in der Mikrostruktur erreicht werden kann.

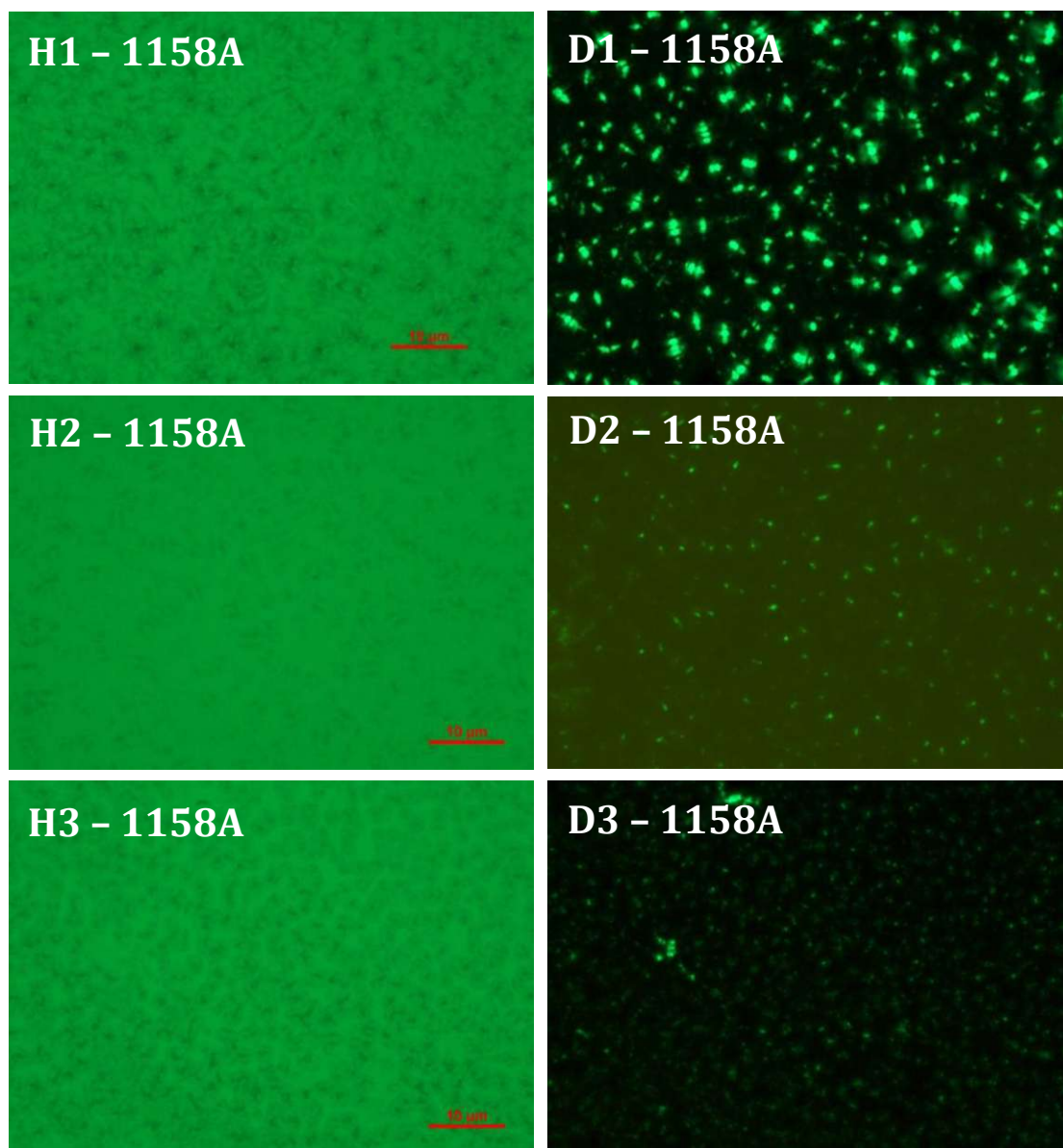


Abb. 36: H1 Hellfeld Bitumen 1158A (links)
H2 Hellfeld Maltene 1158A (links)
H3 Hellfeld Zurückgeblendete 1158A (links)

D1 Dunkelfeld Bitumen 1158A (rechts)
D2 Dunkelfeld Maltene 1158A (rechts)
D3 Dunkelfeld Zurückgeblendete 1158A (rechts)

Die Maltene des Bitumens 1188A sind in Abb. 37 H2 und D2 ersichtlich. Vergleicht man die Maltene mit dem Ausgangsbitumen, so wirkt es, als würde die Asphalt-Extraktion ein Herauslösen der Bienchen bewirken. Die Peri Phase scheint jedoch zu bleiben, sodass sich trotz Asphaltverlust eine Makrostruktur ausbildet. Fügt man die Asphaltene wieder hinzu, so wird die Oberfläche wieder deutlich stärker von der Peri Phase bedeckt. Jedoch kann man in den Zentren der Peri Phase keine eindeutigen Bienchen Strukturen (weder im Hellfeld noch im Dunkelfeld) erkennen.

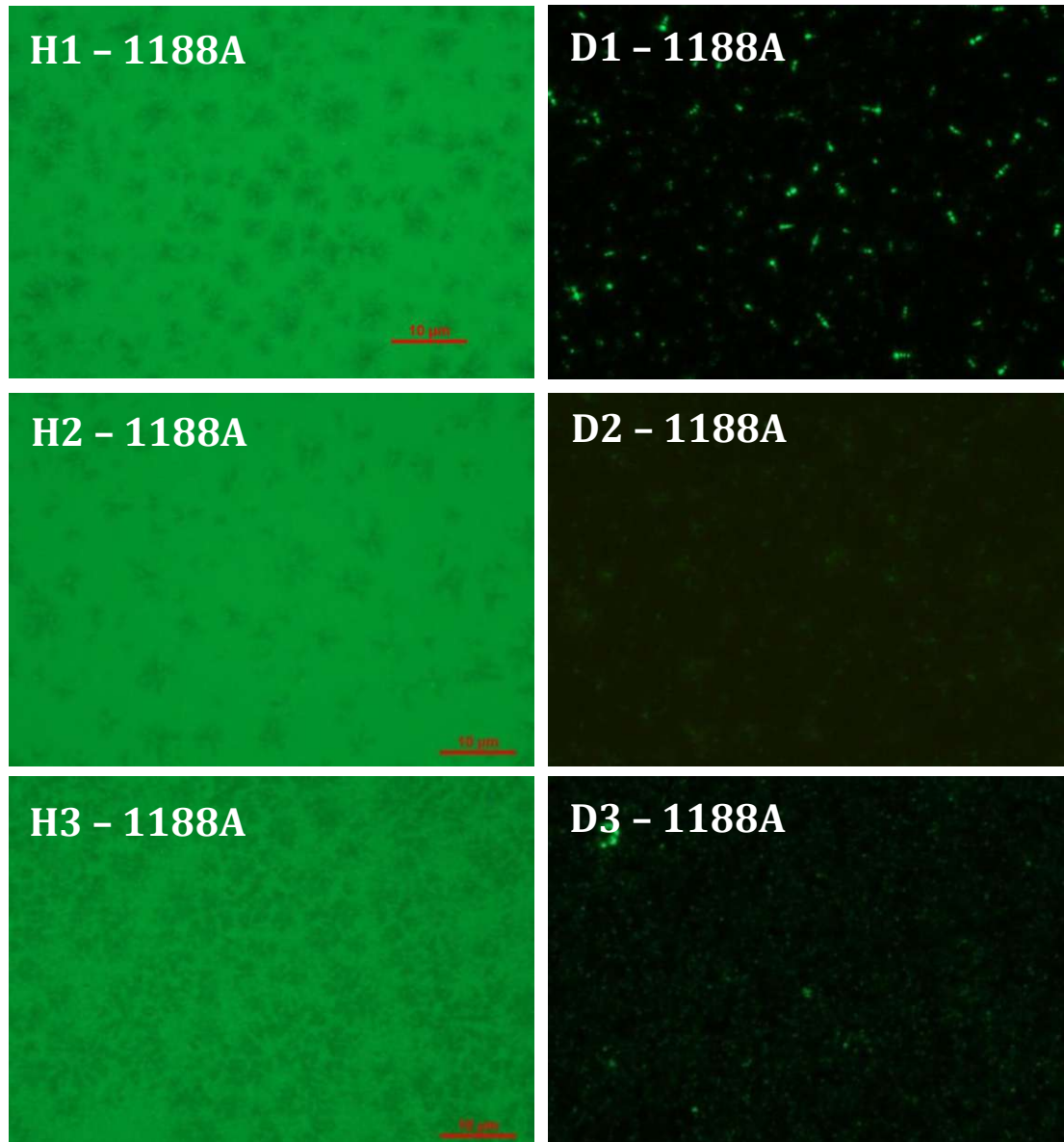


Abb. 37: H1 Hellfeld Bitumen 1188A (links)
H2 Hellfeld Maltene 1188A (links)
H3 Hellfeld Zurückgeblendet 1188A (links)

D1 Dunkelfeld Bitumen 1188A (rechts)
D2 Dunkelfeld Maltene 1188A (rechts)
D3 Dunkelfeld Zurückgeblendet 1188A (rechts)

Die Maltene des Bitumens 1189A sind in Abb. 38 H2 und D2 ersichtlich. Im Vergleich zu den Hellfeldaufnahmen des Ausgangsbitumens (H1) zeigen sich, ähnlich wie bei 1188A, eine Verringerung der Bienchen-Strukturen. Betrachtet man jedoch die Dunkelfeldbilder, so zeigen sich die Bienchen, welche in einer etwas helleren Matrix eingebettet sind. Durch das Rückblenden der Asphaltene entstehen sehr klein und fein verteilte Bienchen, die auch eine ausgeprägte Peri Phase aufweisen. Sie besitzen die gleiche Größenordnung wie das ursprüngliche Bitumen. Das zurückgeblendete Bitumen zeigt jedoch sehr kleine Partikel.

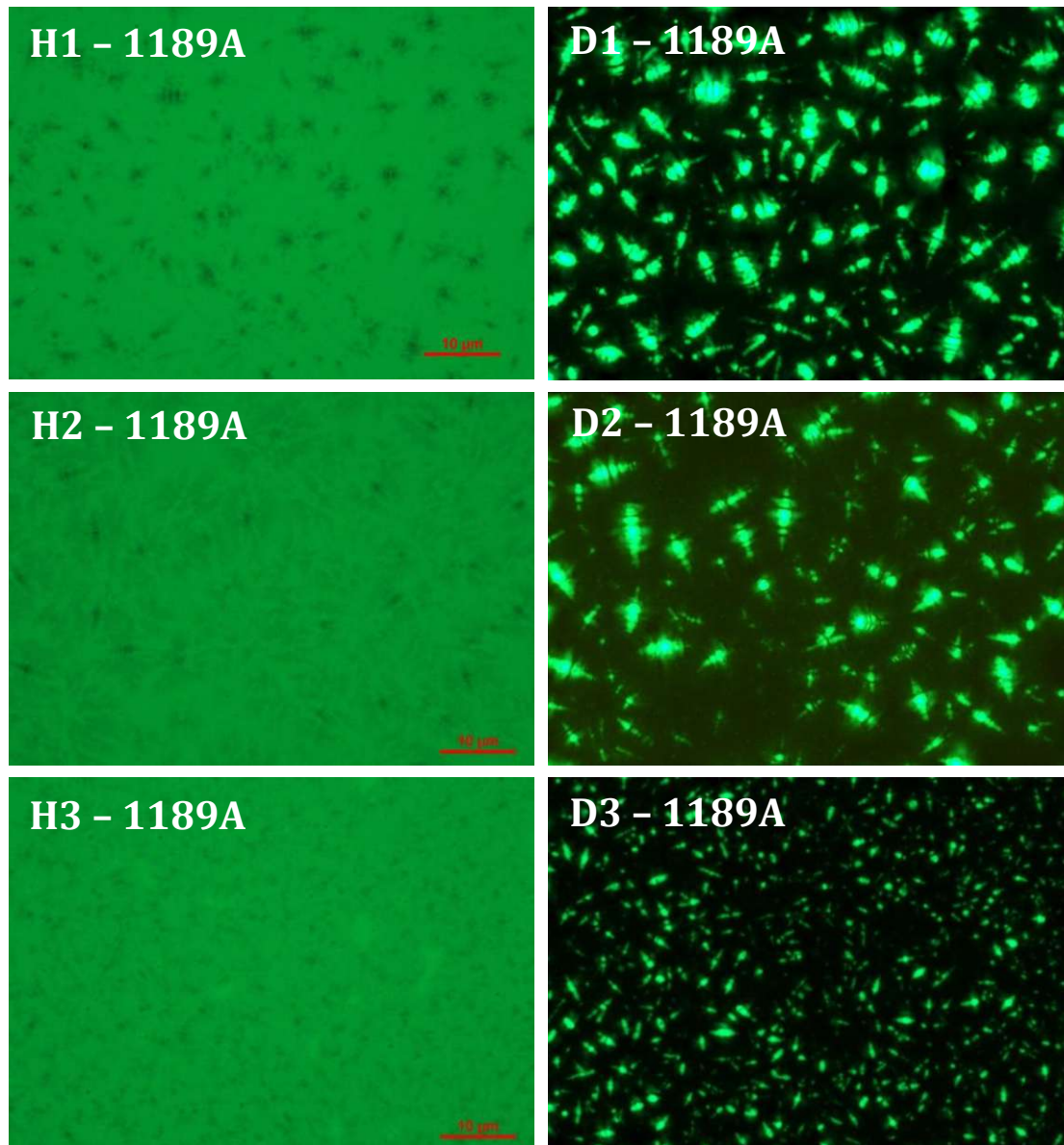


Abb. 38: H1 Hellfeld Bitumen 1189A (links)
H2 Hellfeld Maltene 1189A (links)
H3 Hellfeld Zurückgeblendet 1189A (links)

D1 Dunkelfeld Bitumen 1189A (rechts)
D2 Dunkelfeld Maltene 1189A (rechts)
D3 Dunkelfeld Zurückgeblendet 1189A (rechts)

Grundsätzlich sind beim zurückgeblendeten Bitumen deutliche Inhomogenitäten der Partikel zu erkennen. Es zeigten sich Bereiche mit Anhäufungen der Partikel. Dies dürfte auf eine unzureichende Durchmischung beim Zurückblenden schließen. Entsprechend müsste eine Optimierung des Rückblendens untersucht werden, welche gewährleisten soll, dass die Ausgangsmikrostruktur wieder erreicht werden kann.

Abschließend kann festgestellt werden, dass einige Maltene neben der Peri Phase auch Bienchenstrukturen aufweisen. Jedoch scheint es so, dass das Herauslösen der Asphaltene eine signifikante Veränderung verursacht. Entsprechend müssen noch weiterführende Untersuchungen im Bereich der Asphaltene-Malten Interaktion und dessen Auswirkungen auf die Makrostruktur durchgeführt werden, bevor eine finale Konklusion gemacht werden kann.

Die gesamten Bildaufnahmen zu dieser Studie sind im Anhang Kapitel 9.3 auf Seite 14 zu finden.

4.2.5 Deckglas Studie

Die Probenvorbereitung bei dieser Studie ist ähnlich zur Standardprobenvorbereitung. Während das Glasplättchen mit der Bitumenprobe noch auf der Heizplatte liegt, wird ein dünnes Deckglas auf der Probe platziert (siehe Abb. 39).

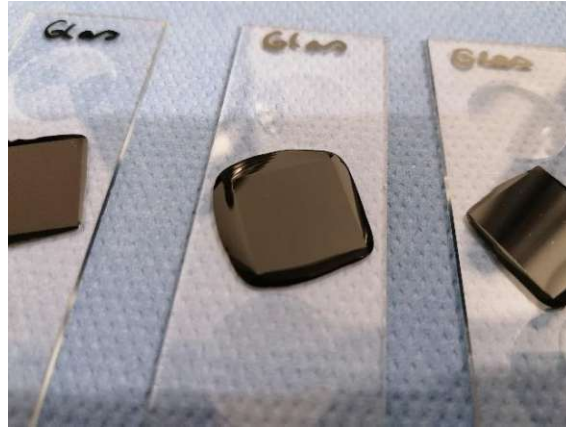


Abb. 39: Mit Glas abgedeckte Bitumenprobe

Die daraus resultierenden Mikroskop-Aufnahmen sind in den Abbildungen Abb. 40, Abb. 41 und Abb. 42 zu sehen. Diese zeigen nur wenige Mikrostrukturen oder Bienchen (weder im Hellfeld, Dunkelfeld noch in der Fluoreszenz).

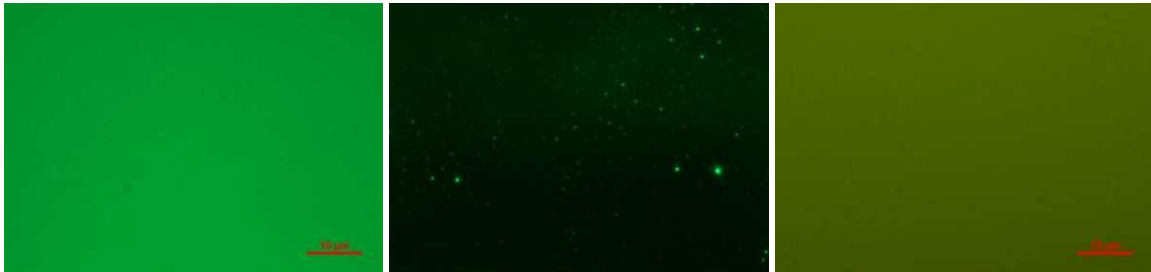


Abb. 40: Aufnahmen von 1158A im Hellfeld (links), Dunkelfeld (Mitte) und in der Fluoreszenz (rechts) – mit Deckglas

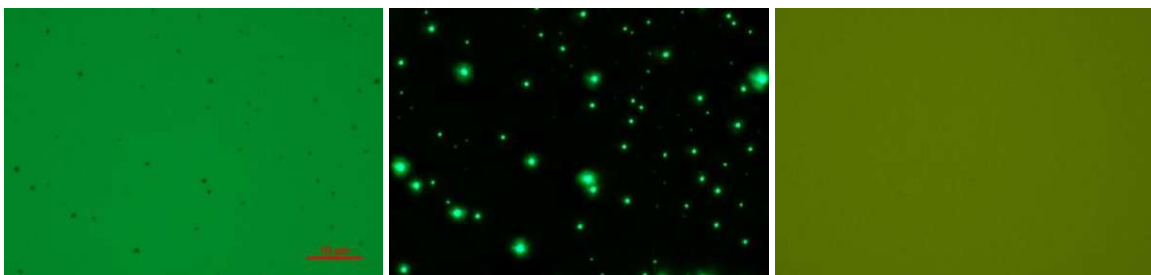


Abb. 41: Aufnahmen von 1188A im Hellfeld (links), Dunkelfeld (Mitte) und in der Fluoreszenz (rechts) – mit Deckglas

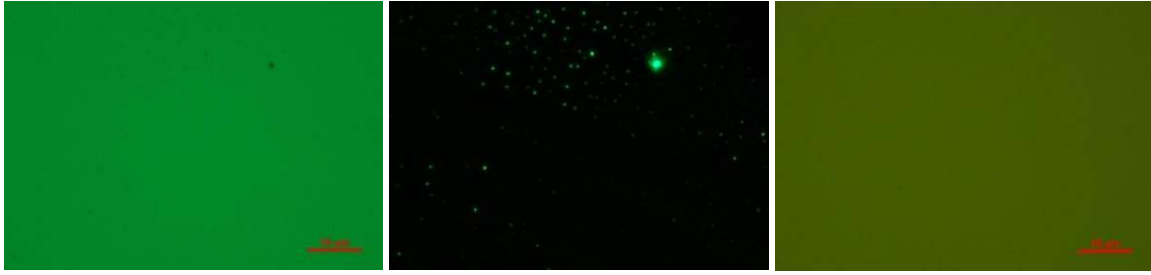


Abb. 42: Aufnahmen von 1189A im Hellfeld (links), Dunkelfeld (Mitte) und in der Fluoreszenz (rechts) – mit Deckglas

Um einen direkten Vergleich zwischen der freien Oberfläche und der abgedeckten Oberfläche zu bekommen, wurde eine Bildaufnahme am Rand des Deckglases durchgeführt. Diese Aufnahmen zeigen eine deutliche Grenze. Wie in Abb. 43 gut zu erkennen ist, weist die freie Oberfläche ohne Deckglas die typischen Mikrostrukturen auf, während auf der abgedeckten Aufnahme keinerlei Mikrostruktur zu sehen ist. Bei den hier auftretenden Mikrostrukturelementen handelt es sich lediglich um Artefakte, wie Schmutz oder Luftblasen.

Dies lässt darauf schließen, dass sich Bienchenstrukturen nur an einer freien Oberfläche ausbilden.

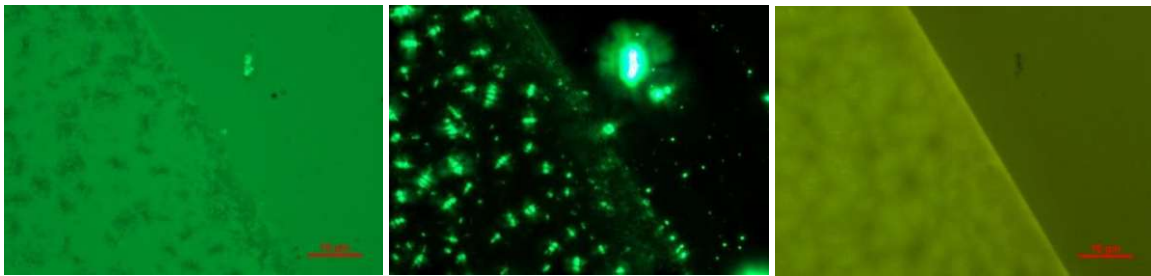


Abb. 43: Randaufnahmen von 1158A im Hellfeld (links), Dunkelfeld (Mitte) und in der Fluoreszenz (rechts) – mit Deckglas

5 Zusammenfassung

Ziel der Arbeit war es, ein Standardverfahren zur Untersuchung der Mikrostruktur mit Hilfe eines Lichtmikroskops zu entwickeln. Außerdem wurde versucht, die wichtigste Fragestellung der aktuellen wissenschaftlichen Diskussion zu beantworten: Welche Bestandteile des Bitumens sind die bienchenförmigen Partikel und welche Bestandteile beeinflussen diese?

Beim hier entwickelten Verfahren zur Probenvorbereitung ist besonderes Augenmerk auf die kurze Heizplattenliegedauer und eine konstante Heizplattentemperatur zu legen. Weiters ist darauf zu achten, dass die Proben vor der Mikroskopaufnahme dunkel und staubfrei für 30min gelagert werden.

Die Ergebnisse zeigten, dass sich die Bitumen Mikrostruktur nach kurzer Zeit bereits vollständig ausbildet, wodurch eine **Bildaufnahme nach nur 30min Ruhezeit ein gutes Ergebnis** gewährleistet (siehe Kapitel 4.1.1 Optimaler Zeitpunkt der Bildaufnahme). Außerdem bildet sich die **Bienchenstruktur nur an der freien Oberfläche** aus (Siehe Kapitel 4.2.5 Deckglas Studie).

Unter Einhaltung der Probenvorbereitung und des Prüfverfahrens können relativ konstante, reproduzierbare Ergebnisse erzielt werden. Einer der **wichtigsten Parameter** dieses Verfahrens ist die **Heizplattenliegedauer**, da eine zu lange Heizplattenliegedauer bereits zu einer erheblichen Alterung des Bitumens führen kann (Siehe Kapitel 3.1.1 Studie Heizplattenliegedauer)

Vor allem die **Temperatur** hat einen **maßgeblichen Einfluss** auf die Mikrostruktur, so zeigen höhere Heizplattentemperaturen in Verbindung mit längeren Heizplattenliegedauern höhere Partikelflächen (Siehe Kapitel 4.1.3 Temperaturstudie). Weiters können gleiche Bitumensorten von unterschiedlichen Raffinerien deutlich unterschieden werden. (Siehe 4.2.1 Bitumensorten)

In der Malten-Asphaltene Studie zeigte sich, dass durch Herauslösen der Asphaltene die Peri Phasen Mikrostruktur erhalten bleibt, jedoch partiell die Bienchen in den Zentren verschwinden. Die Mikrostruktur kehrt jedoch nicht in seinen Ausgangszustand zurück, wenn die Asphaltene wieder eingemischt werden. Dies zeigt die Komplexität der intermolekularen Wechselwirkung und welche Auswirkungen sie auf die Mikrostruktur haben kann. Entsprechende vertiefende Studien werden nötig sein, um hier mehr Aufschluss und Information zu gewinnen.

Letztendlich kann festgehalten werden, dass die **Mikroskopie ein geeignetes Verfahren zur Charakterisierung und Differenzierung von Bitumen** zu sein scheint. Hierbei müssen gewisse Parameter streng eingehalten werden, um eine gute Wiederholbarkeit zu erzielen. Diese Ergebnisse, speziell in Kombination mit der Auswertung der Mikrostruktur über eine Partikelanalyse, ermöglichen es diverse Bitumensorten zu differenzieren und zukünftig potenzielle Fragestellungen in Bezug auf Alterung, Modifikation oder Verjüngung zu beantworten.

6 Literaturverzeichnis

- [1] *ÖNORM EN 12597 - Bitumen und bitumenhaltige Bindemittel - Terminologie*, 2014.
- [2] D. Lesueur, „The colloidal structure of bitumen: Consequences on the rheology and on the,“ 2008.
- [3] „Wikipedia - Erdölraffinerie,“ [Online]. Available: <https://de.wikipedia.org/wiki/Erd%C3%B6lraffinerie>. [Zugriff am 2022 10 01].
- [4] *ÖNORM EN 1426 - Bitumen und bitumenhaltige Bindemittel - Bestimmung der Nadelpenetration*.
- [5] D. V. Günter Neroth, *Wendehorst Baustoffkunde*, 2011.
- [6] M. Hospodka, *Masterarbeit - Alterungsmechanismen von Bitumen und Simulation der Alterung im Labor*.
- [7] *ÖNORM EN 12607-1 - Bitumen und bitumenhaltige Bindemittel - Bestimmung der Beständigkeit gegen Verhärtung unter Einfluss von Wärme und Luft - Teil 1: RTFOT-Verfahren*.
- [8] J. Litzka und R. Strobl, *Gebrauchsverhaltensorientierte Bitumenprüfung - Heft 9*.
- [9] *ÖNORM EN 14769 - Bitumen und bitumenhaltige Bindemittel - Beschleunigte Langzeit-Alterung mit einem Druckalterungsbehälter (PAV)*.
- [10] S. Weigel, *Bitumen und Chemometrie - Innovative Wege der Bitumencharakterisierung mittels FTIR-Spektroskopie und multivariater Analysemethoden*, Berlin, 2018.
- [11] N. H. C. L. A. B. J. B. Georgios Pipintakos, *Application of Atomic Force (AFM), Environment Scanning Electron (ESEM) and Confocal Laser Scanning Microscopy (CLSM) in bitumen: A review of the ageing effect*, 2020.
- [12] L. E. J. F. H. G. F. H. M. H. D. G. S. N. N. A. J. M. S. A. S. B. Hofko, *Impact of maltene and asphaltene fraction on mechanical behavior and microstructure of bitumen*, 2015.
- [13] B. H. G. P. J. B. H. S. Johannes Mirwald, *Comparison of Microscopic Techniques to study the Diversity of the Bitumen Microstructure*, 2020.
- [14] [Online]. Available: https://www.univie.ac.at/mikroskopie/pdf/1-3_mikrosop.pdf. [Zugriff am 22 März 2022].
- [15] G. W. Ehrenstein, *Mikroskopie*.
- [16] O. Fritsche, *Mikrobiologie*.

- [17] A. B. W. L. G. F. Nazmus Sakib, *Test method for separation of bitumen into four fractions using pre-packaged cartridges*, 2019.
- [18] A. N. Christopher Ruger, „Universitat Rostock - Asphaltene,“ [Online]. Available: <https://www.zimmermann.chemie.uni-rostock.de/forschung/fuels-materials/asphaltene/>. [Zugriff am 2022].
- [19] D. N. B. H. Johannes Mirwald, *Recommendations for handling bitumen prior to FTIR spectroscopy*, 2021.
- [20] B. H. H. G. Johannes Mirwald, *Utilising fluorescence spectroscopy and optical microscopy to investigate bitumen long-term ageing*, 2020.
- [21] „Chemie.de - Viskoelastizitat,“ [Online]. Available: <https://www.chemie.de/lexikon/Viskoelastizit%C3%A4t.html>. [Zugriff am 23 08 2022].

7 Abbildungsverzeichnis

Abb. 1: Rektifikationskolonne [3].....	8
Abb. 2: Schemaskizze Prüfverfahren Nadelpenetration	8
Abb. 3: Schematische Darstellung des Alterungsverlaufs [6].....	9
Abb. 4: Schematische Darstellung der RTFOT-Alterung [8].....	10
Abb. 5 Schematische Darstellung der PAV-Alterung [8]	11
Abb. 6: Schema einer inversen Mizelle [10]	12
Abb. 7: Solzustand (A), Gelzustand (B) [2]	13
Abb. 8: Funktionsweise Mikroskop [15].....	16
Abb. 9: Schematische Darstellung der Kontrastverfahren: Hellfeldmikroskopie (links), Dunkelfeldmikroskopie (Mitte), Fluoreszenzmikroskopie (rechts) [13]	17
Abb. 10: Verwendetes Mikroskop.....	19
Abb. 11: Schema der SARA-Fraktionierung in gesättigte Kohlenwasserstoffe, Aromaten, Harze und Asphaltene [18]	20
Abb. 12: 24 Stunden Rühren (Bitumen + Heptan) im Magnetrührer (links), Ausfiltern der Asphaltene mit Hilfe der Vakuumpumpe (rechts)	20
Abb. 13: Filter mit Asphaltene (links), Einspannen des Filters im Schraubstock (Mitte), Auseinanderschneiden des Filters (rechts).....	21
Abb. 14: Aufgeschnittener Filter (links), Herausgelöste Asphaltene (rechts)	21
Abb. 15: FT-IR-Spektrometer	22
Abb. 16: Glasplättchen für die primäre Probenvorbereitung	23
Abb. 17: Links: Bitumen nach primärer Probenvorbereitung; Rechts: „kaltes“ Bitumen ohne Verwendung der Heizplatte	25
Abb. 18: Probenvorbereitung für Silikonstudie (links), Vorsichtiges Ablösen der Silikonform von der Probe (rechts)	26
Abb. 19: Schematische Skizze eines Glasplättchens	30
Abb. 20: Exemplarische Hellfeldaufnahme (links) und dazugehörige Dunkelfeldaufnahme (rechts)	30
Abb. 21: Hellfeldaufnahme von 1158A nach 5min (links) und nach 30min (rechts)	32
Abb. 22: Dunkelfeldaufnahme von 1158A nach 5min (links) und nach 30min (rechts)	32
Abb. 23: FTIR-Ergebnisse - Alterungsindex	38
Abb. 24: Hellfeld- (links) und Dunkelfeldaufnahme (rechts) zur Studie „Kalt vs. Heizplatte“, heißes Bitumen – mit Verwendung der Heizplatte.....	39
Abb. 25 Hellfeld- (links) und Dunkelfeldaufnahme (rechts) zur Studie „Kalt vs. Heizplatte“, kaltes Bitumen – ohne Verwendung der Heizplatte	40
Abb. 26: Probenvorbereitung in der Silikonform: Hellfeld- (links) und Dunkelfeldaufnahme (rechts) von 1158A – Punkt 1	43
Abb. 27: Probenvorbereitung in der Silikonform: Hellfeld- (links) und Dunkelfeldaufnahme (rechts) von 1158A – Punkt 2	43
Abb. 28: Probenvorbereitung in der Silikonform: Hellfeld- (links) und Dunkelfeldaufnahme (rechts) von 1188A – Punkt 1	43
Abb. 29: Probenvorbereitung in der Silikonform: Hellfeld- (links) und Dunkelfeldaufnahme (rechts) von 1188A – Punkt 2	44
Abb. 30: Hellfeld- (links) und Dunkelfeldaufnahme (rechts) von 1158A	44
Abb. 31: Hellfeld- (links) und Dunkelfeldaufnahme (rechts) von 1159A	45
Abb. 32: Hellfeld- (links) und Dunkelfeldaufnahme (rechts) von 1160A	45
Abb. 33: Hellfeld- (links) und Dunkelfeldaufnahme (rechts) von 1188A	45
Abb. 34: Hellfeld- (links) und Dunkelfeldaufnahme (rechts) von 1189A	45
Abb. 35: Einzelpartikelanalyse 1158A	48

Abb. 36: H1 Hellfeld Bitumen 1158A (links) D1 Dunkelfeld Bitumen 1158A (rechts) H2 Hellfeld Maltene 1158A (links) D2 Dunkelfeld Maltene 1158A (rechts) H3 Hellfeld Zurückgeblendet 1158A (links) D3 Dunkelfeld Zurückgeblendet 1158A (rechts) 64

Abb. 37: H1 Hellfeld Bitumen 1188A (links) D1 Dunkelfeld Bitumen 1188A (rechts) H2 Hellfeld Maltene 1188A (links) D2 Dunkelfeld Maltene 1188A (rechts) H3 Hellfeld Zurückgeblendet 1188A (links) D3 Dunkelfeld Zurückgeblendet 1188A (rechts) 65

Abb. 38: H1 Hellfeld Bitumen 1189A (links) D1 Dunkelfeld Bitumen 1189A (rechts) H2 Hellfeld Maltene 1189A (links) D2 Dunkelfeld Maltene 1189A (rechts) H3 Hellfeld Zurückgeblendet 1189A (links) D3 Dunkelfeld Zurückgeblendet 1189A (rechts) 66

Abb. 39: Mit Glas abgedeckte Bitumenprobe..... 68

Abb. 40: Aufnahmen von 1158A im Hellfeld (links), Dunkelfeld (Mitte) und in der Fluoreszenz (rechts) – mit Deckglas..... 68

Abb. 41: Aufnahmen von 1188A im Hellfeld (links), Dunkelfeld (Mitte) und in der Fluoreszenz (rechts) – mit Deckglas..... 68

Abb. 42: Aufnahmen von 1189A im Hellfeld (links), Dunkelfeld (Mitte) und in der Fluoreszenz (rechts) – mit Deckglas..... 69

Abb. 43: Randaufnahmen von 1158A im Hellfeld (links), Dunkelfeld (Mitte) und in der Fluoreszenz (rechts) – mit Deckglas 69

Abb. 44: Fiji ImageJ Startansicht 1

Abb. 45: Einfügen des Bildes mittels Drag and Drop..... 1

Abb. 46: Eingefügtes Bild 2

Abb. 47: Pfad zu Threshold-Einstellungen..... 2

Abb. 48: Threshold-Einstellungen 3

Abb. 49: Pfad zur Partikelanalyse..... 3

Abb. 50 Einstellungen zur Partikelanalyse..... 4

Abb. 51: Ergebnisse der Partikelanalyse..... 4

Abb. 52: Aufnahmen zur Heizplattenliegedauer 1158A „Probe 7“, 60min Bildaufnahme, 5min Heizplattenliegedauer im Hellfeld (links) und im Dunkelfeld (rechts) 5

Abb. 53: Aufnahmen zur Heizplattenliegedauer 1158A „Probe 7“, 60min Bildaufnahme, 10min Heizplattenliegedauer im Hellfeld (links) und im Dunkelfeld (rechts) 5

Abb. 54: Aufnahmen zur Heizplattenliegedauer 1158A „Probe 7“, 60min Bildaufnahme, 15min Heizplattenliegedauer im Hellfeld (links) und im Dunkelfeld (rechts) 5

Abb. 55: Aufnahmen zur Heizplattenliegedauer 1158A „Probe 8“, 10min Heizplattenliegedauer im Hellfeld (links) und im Dunkelfeld (rechts)..... 6

Abb. 56: Aufnahmen zur Heizplattenliegedauer 1158A „Probe 8“, 30min Heizplattenliegedauer im Hellfeld (links) und im Dunkelfeld (rechts)..... 6

Abb. 57: Aufnahmen zur Heizplattenliegedauer 1158A „Probe 8“, 60min Heizplattenliegedauer im Hellfeld (links) und im Dunkelfeld (rechts)..... 6

Abb. 58: Aufnahmen zur Heizplattenliegedauer 1158A „Probe 10“, 15sek Heizplattenliegedauer im Hellfeld (links) und im Dunkelfeld (rechts)..... 7

Abb. 59: Aufnahmen zur Heizplattenliegedauer 1158A „Probe 10“, 30sek Heizplattenliegedauer im Hellfeld (links) und im Dunkelfeld (rechts)..... 7

Abb. 60: Aufnahmen zur Heizplattenliegedauer 1158A „Probe 10“, 1min Heizplattenliegedauer im Hellfeld (links) und im Dunkelfeld (rechts)..... 7

Abb. 61: Aufnahmen zur Heizplattenliegedauer 1158A „Probe 10“, 2min Heizplattenliegedauer im Hellfeld (links) und im Dunkelfeld (rechts)..... 8

Abb. 62: Aufnahmen zur Heizplattenliegedauer 1158B „Probe 11“, 15sek Heizplattenliegedauer im Hellfeld (links) und im Dunkelfeld (rechts)..... 8

Abb. 63: Aufnahmen zur Heizplattenliegedauer 1158B „Probe 11“, 30sek Heizplattenliegedauer im Hellfeld (links) und im Dunkelfeld (rechts).....	8
Abb. 64: Aufnahmen zur Heizplattenliegedauer 1158B „Probe 11“, 1min Heizplattenliegedauer im Hellfeld (links) und im Dunkelfeld (rechts).....	9
Abb. 65: Aufnahmen zur Heizplattenliegedauer 1158B „Probe 11“, 2min Heizplattenliegedauer im Hellfeld (links) und im Dunkelfeld (rechts).....	9
Abb. 66: Aufnahmen zur Heizplattenliegedauer 1158C „Probe 11“, 15sek Heizplattenliegedauer im Hellfeld (links) und im Dunkelfeld (rechts).....	9
Abb. 67: Aufnahmen zur Heizplattenliegedauer 1158C „Probe 11“, 30sek Heizplattenliegedauer im Hellfeld (links) und im Dunkelfeld (rechts).....	10
Abb. 68: Aufnahmen zur Heizplattenliegedauer 1158C „Probe 11“, 1min Heizplattenliegedauer im Hellfeld (links) und im Dunkelfeld (rechts).....	10
Abb. 69: Aufnahmen zur Heizplattenliegedauer 1158C „Probe 11“, 2min Heizplattenliegedauer im Hellfeld (links) und im Dunkelfeld (rechts).....	10
Abb. 70: Aufnahmen zur Heizplattenliegedauer 1188A „Probe 12“, 15sek Heizplattenliegedauer im Hellfeld (links) und im Dunkelfeld (rechts).....	11
Abb. 71: Aufnahmen zur Heizplattenliegedauer 1188A „Probe 12“, 30sek Heizplattenliegedauer im Hellfeld (links) und im Dunkelfeld (rechts).....	11
Abb. 72: Aufnahmen zur Heizplattenliegedauer 1188A „Probe 12“, 1min Heizplattenliegedauer im Hellfeld (links) und im Dunkelfeld (rechts).....	11
Abb. 73: Aufnahmen zur Heizplattenliegedauer 1188A „Probe 12“, 2min Heizplattenliegedauer im Hellfeld (links) und im Dunkelfeld (rechts).....	12
Abb. 74: Aufnahmen zur Heizplattenliegedauer 1189A „Probe 12“, 15sek Heizplattenliegedauer im Hellfeld (links) und im Dunkelfeld (rechts).....	12
Abb. 75: Aufnahmen zur Heizplattenliegedauer 1189A „Probe 12“, 30sek Heizplattenliegedauer im Hellfeld (links) und im Dunkelfeld (rechts).....	12
Abb. 76: Aufnahmen zur Heizplattenliegedauer 1189A „Probe 12“, 1min Heizplattenliegedauer im Hellfeld (links) und im Dunkelfeld (rechts).....	13
Abb. 77: Aufnahmen zur Heizplattenliegedauer 1189A „Probe 12“, 2min Heizplattenliegedauer im Hellfeld (links) und im Dunkelfeld (rechts).....	13
Abb. 78: Aufnahmen der Maltene 1158A im Hellfeld (links) und im Dunkelfeld (rechts).....	14
Abb. 79: Aufnahme der Maltene 1158A in der Fluoreszenz.....	14
Abb. 80: Aufnahmen des zurückgeblendeten Bitumens mit 50% Asphaltene 1158A (2. Punkt) im Hellfeld (links) und im Dunkelfeld (rechts).....	15
Abb. 81: Aufnahmen des zurückgeblendeten Bitumens mit 50% Asphaltene 1158A (3. Punkt) im Hellfeld (links) und im Dunkelfeld (rechts).....	15
Abb. 82: Aufnahmen des zurückgeblendeten Bitumens mit 50% Asphaltene 1158A (4. Punkt) im Hellfeld (links) und im Dunkelfeld (rechts).....	15
Abb. 83: Aufnahmen des zurückgeblendeten Bitumens mit 100% Asphaltene 1158A (1. Punkt) im Hellfeld (links) und im Dunkelfeld (rechts).....	16
Abb. 84: Aufnahmen des zurückgeblendeten Bitumens mit 100% Asphaltene 1158A (2. Punkt) im Hellfeld (links) und im Dunkelfeld (rechts).....	16
Abb. 85: Aufnahmen des zurückgeblendeten Bitumens mit 100% Asphaltene 1158A (3. Punkt) im Hellfeld (links) und im Dunkelfeld (rechts).....	16
Abb. 86: Aufnahmen der Maltene 1188A im Hellfeld (links) und im Dunkelfeld (rechts).....	17
Abb. 87: Aufnahme der Maltene 1188A in der Fluoreszenz.....	17
Abb. 88: Aufnahmen der Maltene 1188A im Hellfeld (links) und im Dunkelfeld (rechts) – 5x-Objektiv.....	17
Abb. 89: Aufnahmen des zurückgeblendeten Bitumens mit 100% Asphaltene 1188A (1. Punkt) im Hellfeld (links) und im Dunkelfeld (rechts).....	18

Abb. 90: Aufnahmen des zurückgeblendeten Bitumens mit 100% Asphaltene 1188A (2. Punkt) im Hellfeld (links) und im Dunkelfeld (rechts)..... 18

Abb. 91: Aufnahmen des zurückgeblendeten Bitumens mit 100% Asphaltene 1188A (3. Punkt) im Hellfeld (links) und im Dunkelfeld (rechts)..... 18

Abb. 92: Aufnahmen des zurückgeblendeten Bitumens mit 100% Asphaltene 1188A – 5x-Objektiv im Hellfeld (links) und im Dunkelfeld (rechts)..... 19

Abb. 93: Aufnahmen der Maltene 1189A im Hellfeld (links) und im Dunkelfeld (rechts)..... 19

Abb. 94: Aufnahme der Maltene 1189A in der Fluoreszenz 19

Abb. 95: Aufnahmen des zurückgeblendeten Bitumens mit 100% Asphaltene 1189A (1. Punkt) im Hellfeld (links) und im Dunkelfeld (rechts)..... 20

Abb. 96: Aufnahmen des zurückgeblendeten Bitumens mit 100% Asphaltene 1189A (2. Punkt) im Hellfeld (links) und im Dunkelfeld (rechts)..... 20

Abb. 97: Aufnahmen des zurückgeblendeten Bitumens mit 100% Asphaltene 1189A (3. Punkt) im Hellfeld (links) und im Dunkelfeld (rechts)..... 20

Abb. 98: Aufnahmen des zurückgeblendeten Bitumens mit 100% Asphaltene 1189A – 5x-Objektiv im Hellfeld (links) und im Dunkelfeld (rechts)..... 21

8 Tabellenverzeichnis

<i>Tabelle 1: Chemische Zusammensetzung von Bitumen [5]</i>	11
<i>Tabelle 2: Verwendete Bitumen</i>	16
<i>Tabelle 3: Übersicht der unterschiedlichen Proben für die Studie zur Heizplattenliegedauer</i>	24
<i>Tabelle 4: Gewählte Einstellungen für die Bildaufnahme</i>	30
<i>Tabelle 5: Ergebnisse zur Heizplattenliegedauer</i>	37
<i>Tabelle 6: Ergebnisse Temperaturstudie</i>	38
<i>Tabelle 7: Ergebnisse Studie „Kalt vs. Heizplatte“ 1158A</i>	40
<i>Tabelle 8: Ergebnisse Durchrührversuch 1158A</i>	41
<i>Tabelle 9: Ergebnisse zur Studie Ofen 1158A</i>	42
<i>Tabelle 10: Ergebnisse zu den Bitumensorten</i>	44
<i>Tabelle 11: Ergebnisse zur Alterungsstudie</i>	57

9 Anhang

9.1 Anhang zur Bildauswertung

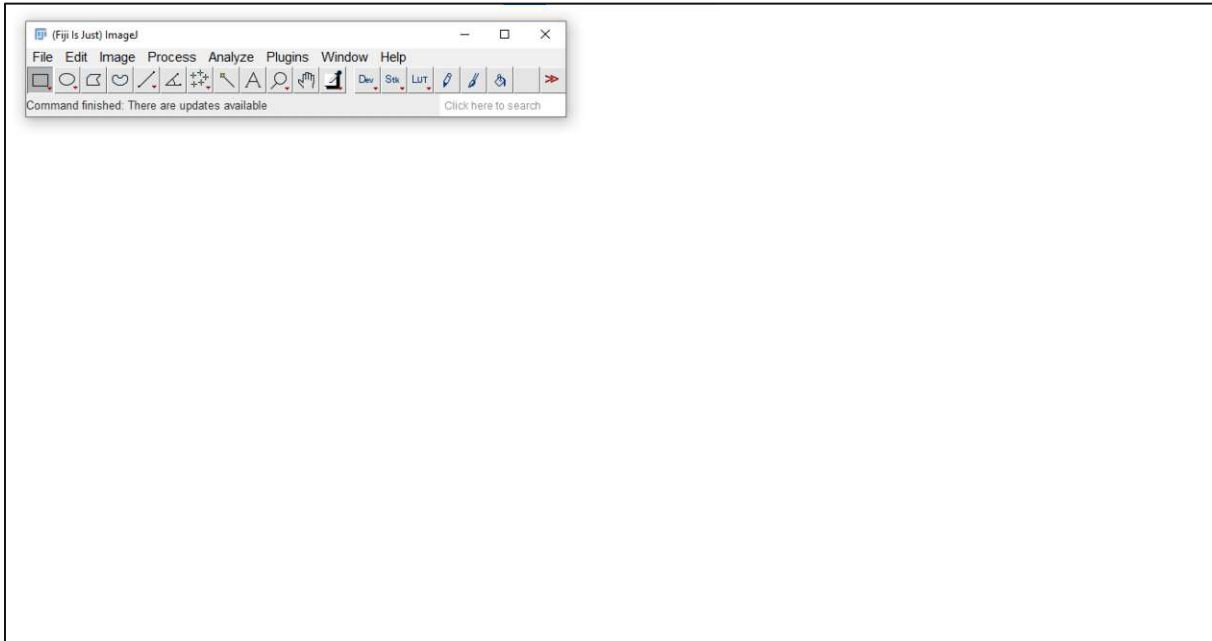


Abb. 44: Fiji ImageJ Startansicht

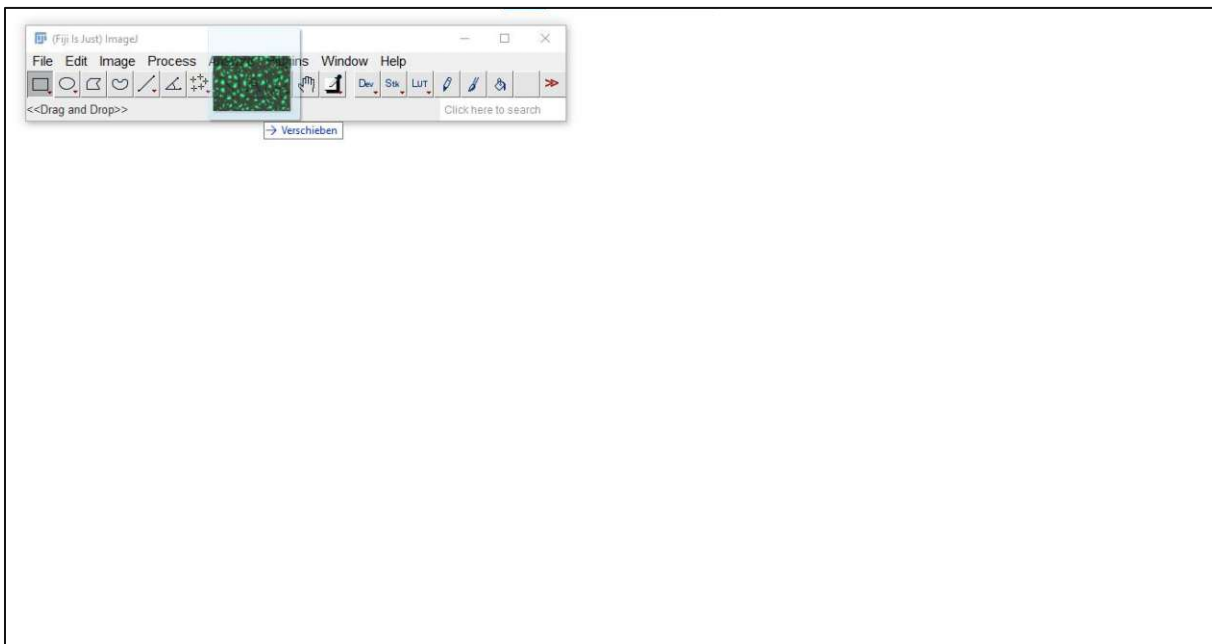


Abb. 45: Einfügen des Bildes mittels Drag and Drop

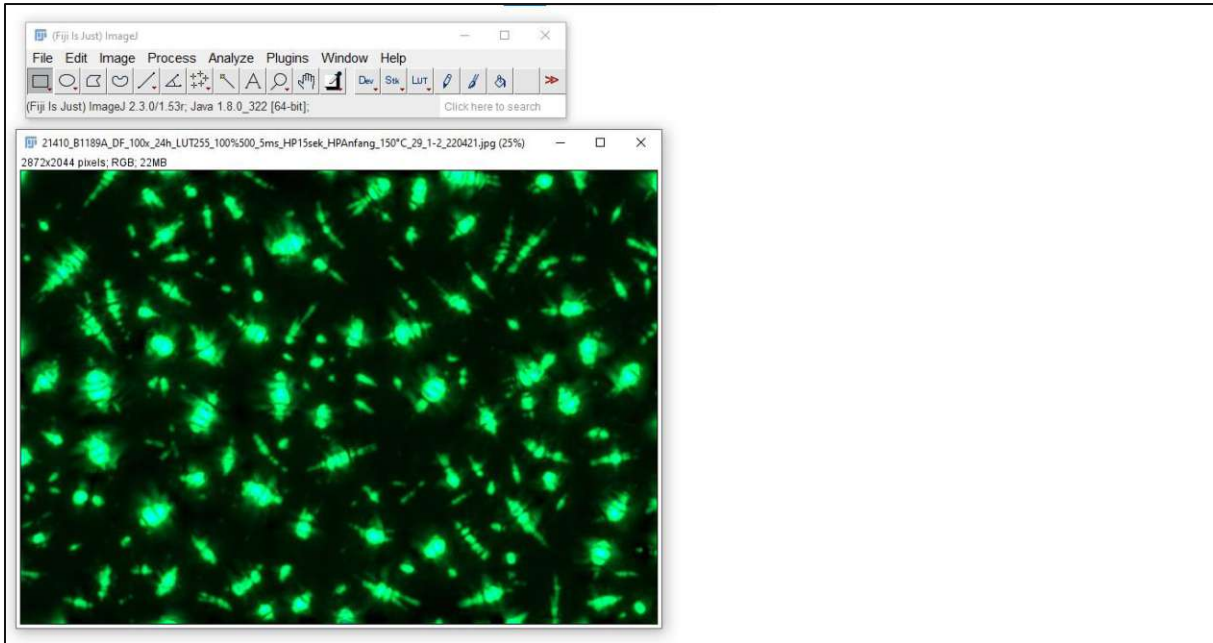


Abb. 46: Eingefügtes Bild

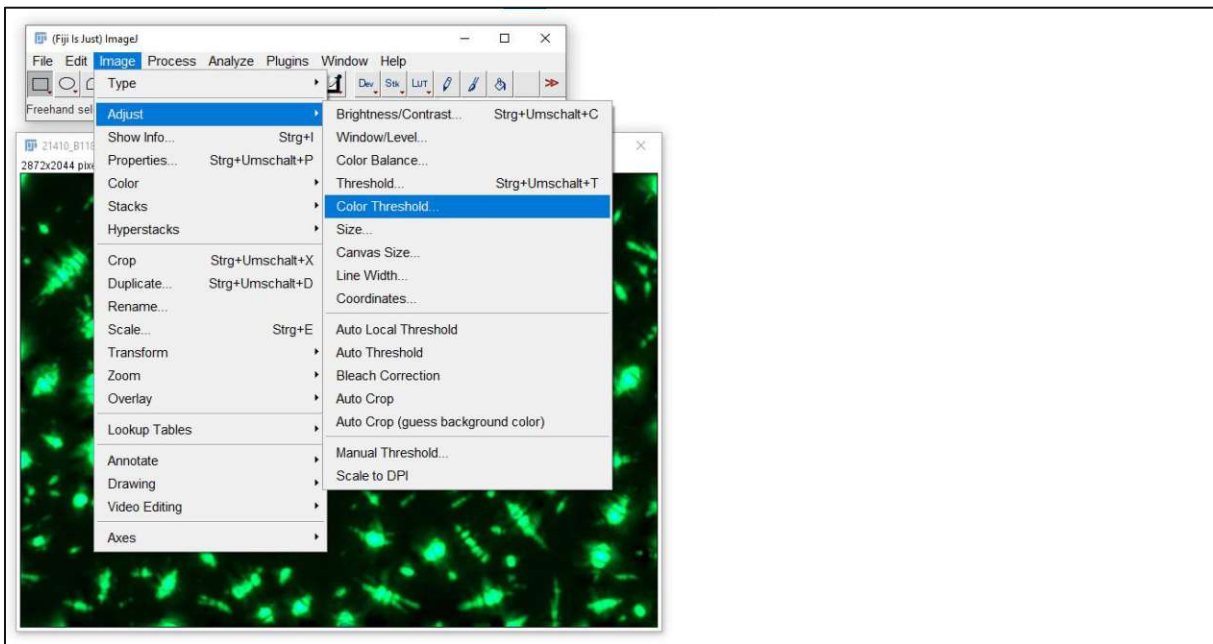


Abb. 47: Pfad zu Threshold-Einstellungen

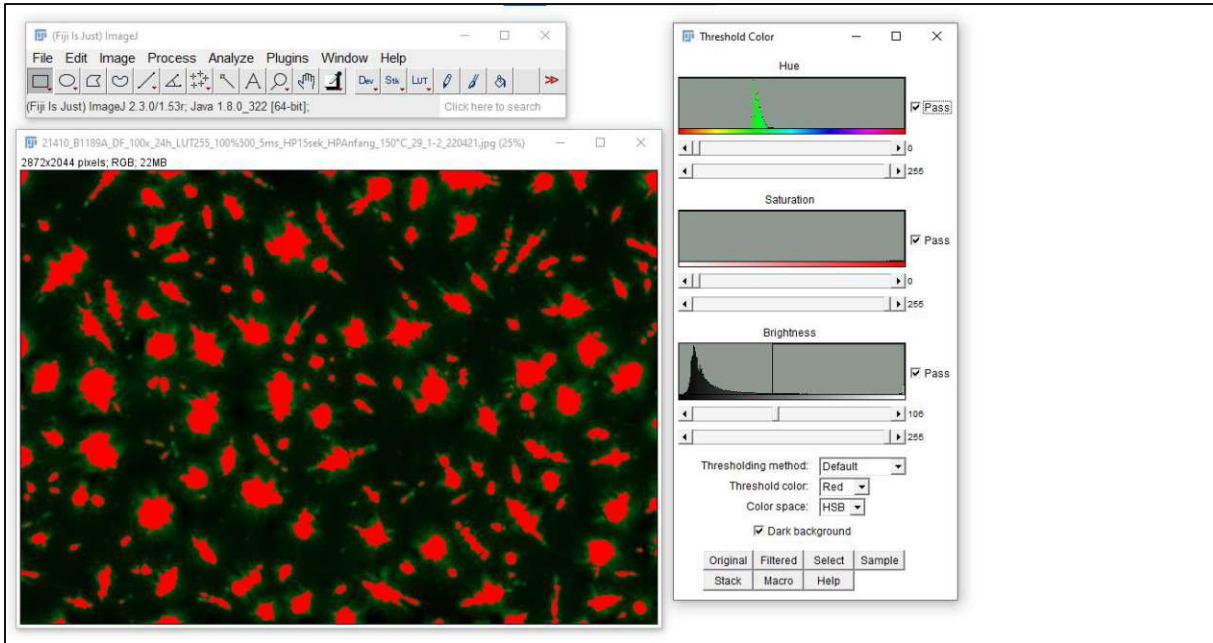


Abb. 48: Threshold-Einstellungen

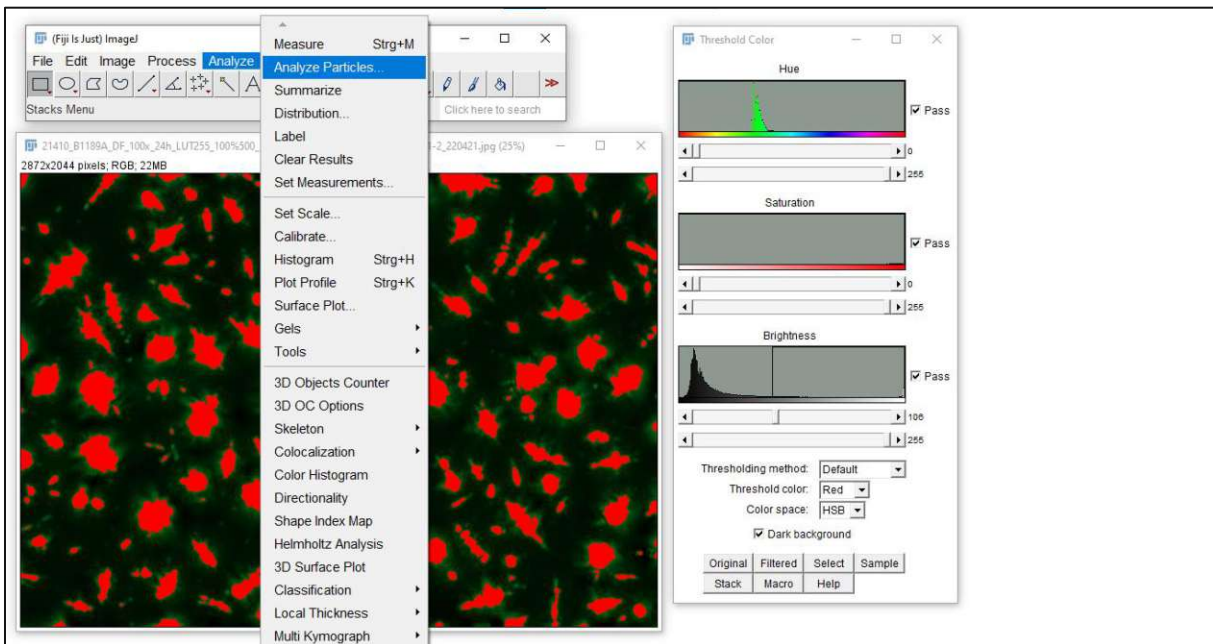


Abb. 49: Pfad zur Partikelanalyse

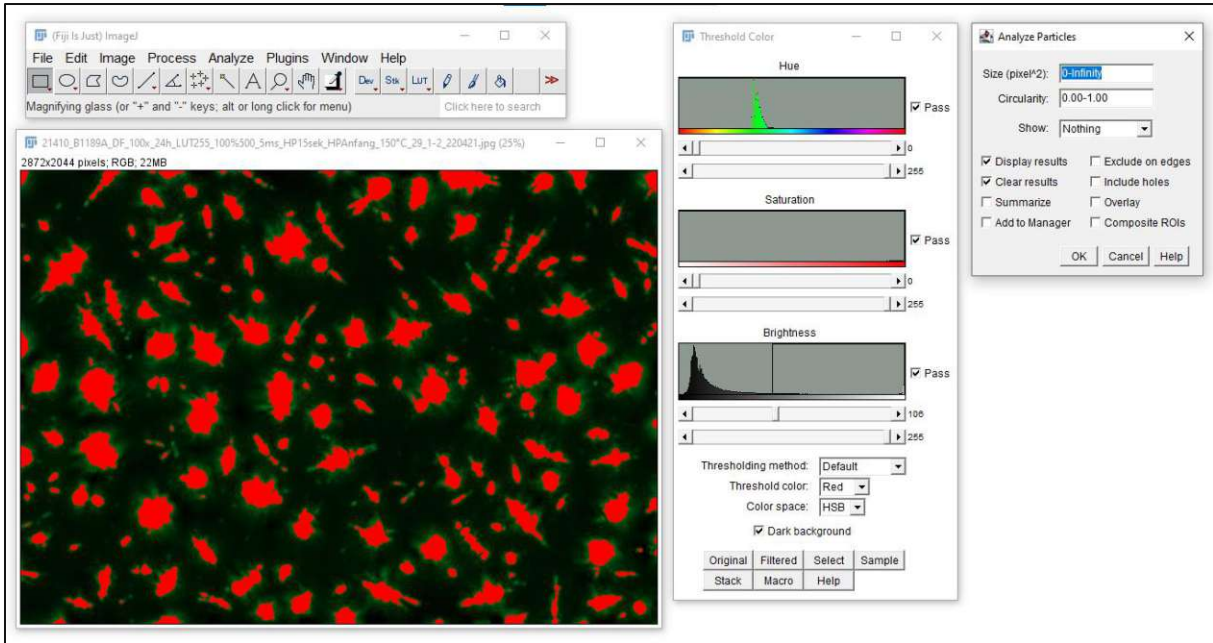


Abb. 50 Einstellungen zur Partikelanalyse

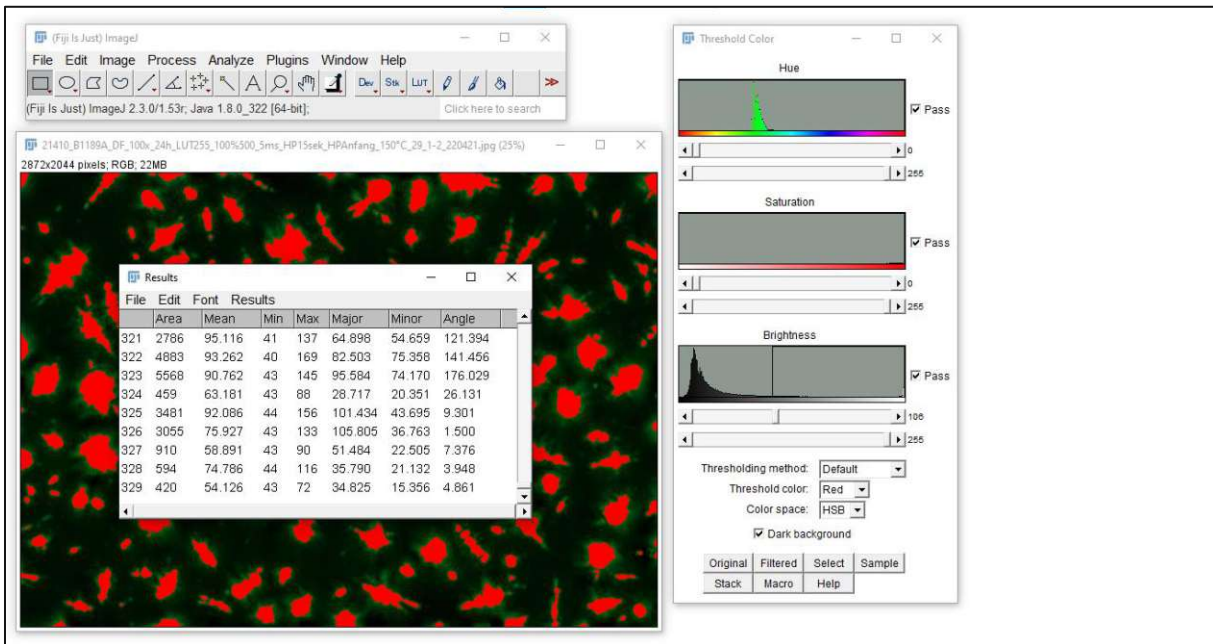


Abb. 51: Ergebnisse der Partikelanalyse

9.2 Anhang zur Studie Heizplattenliegedauer

Heizplattenliegedauer 1158A „Probe 7“

Bitumen nach primärer Probenvorbereitung

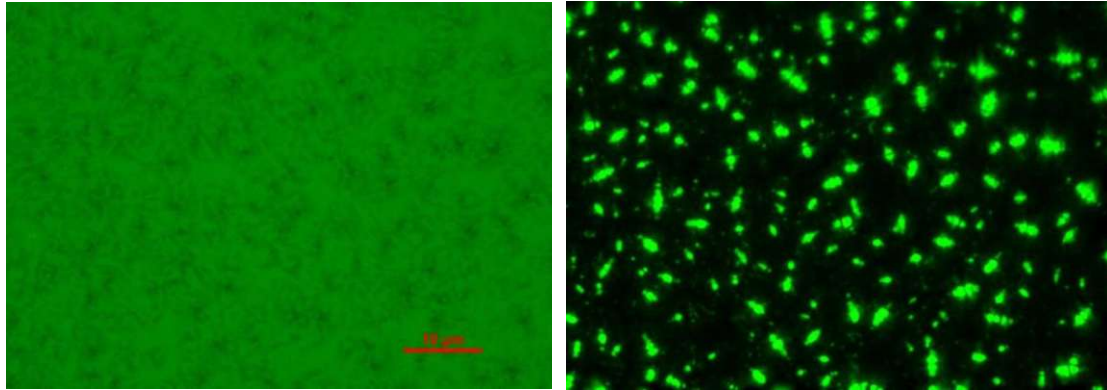


Abb. 52: Aufnahmen zur Heizplattenliegedauer 1158A „Probe 7“, 60min Bildaufnahme, 5min Heizplattenliegedauer im Hellfeld (links) und im Dunkelfeld (rechts)

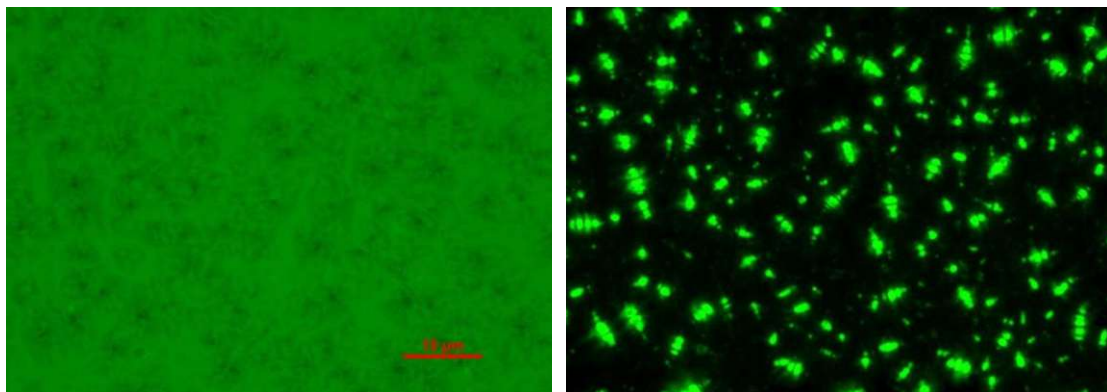


Abb. 53: Aufnahmen zur Heizplattenliegedauer 1158A „Probe 7“, 60min Bildaufnahme, 10min Heizplattenliegedauer im Hellfeld (links) und im Dunkelfeld (rechts)

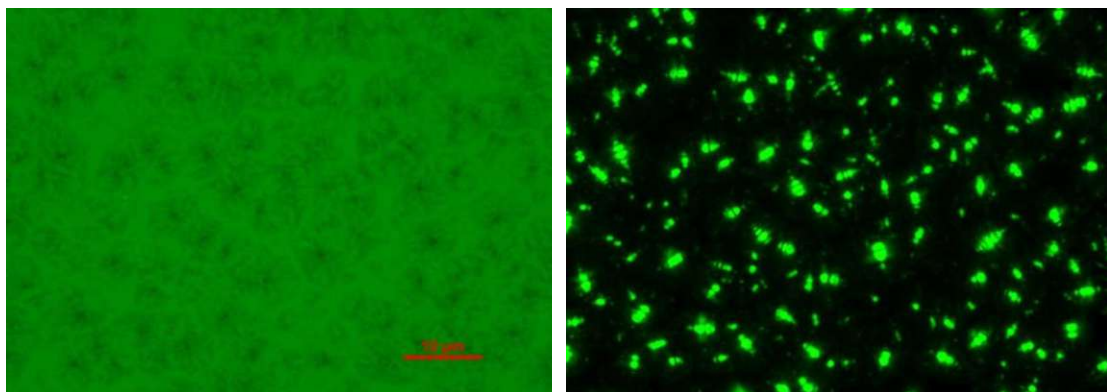


Abb. 54: Aufnahmen zur Heizplattenliegedauer 1158A „Probe 7“, 60min Bildaufnahme, 15min Heizplattenliegedauer im Hellfeld (links) und im Dunkelfeld (rechts)

Heizplattenliedauer 1158A „Probe 8“

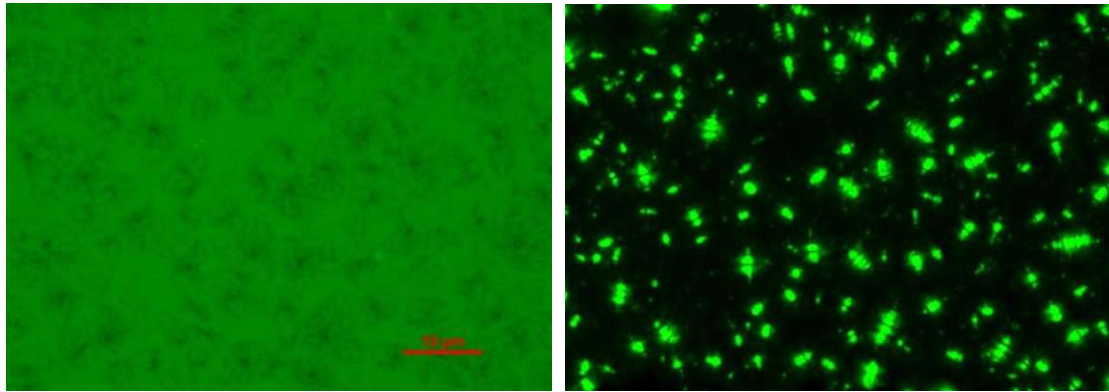


Abb. 55: Aufnahmen zur Heizplattenliedauer 1158A „Probe 8“, 10min Heizplattenliedauer im Hellfeld (links) und im Dunkelfeld (rechts)

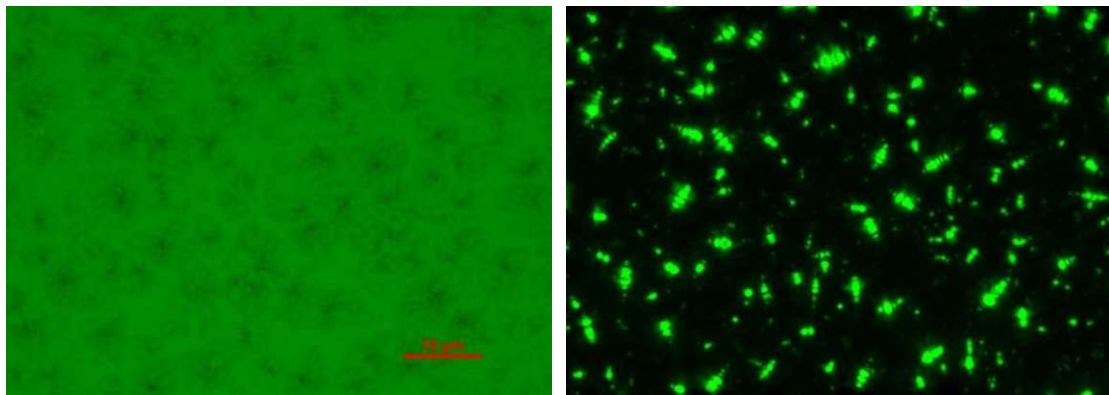


Abb. 56: Aufnahmen zur Heizplattenliedauer 1158A „Probe 8“, 30min Heizplattenliedauer im Hellfeld (links) und im Dunkelfeld (rechts)

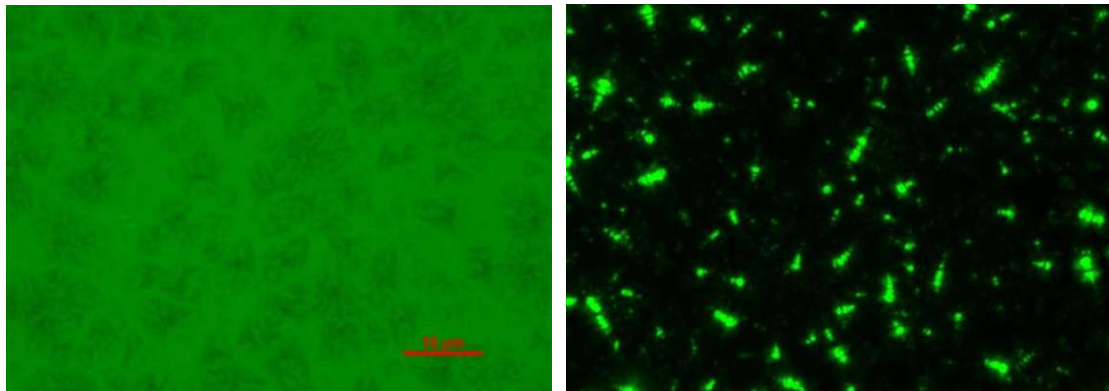


Abb. 57: Aufnahmen zur Heizplattenliedauer 1158A „Probe 8“, 60min Heizplattenliedauer im Hellfeld (links) und im Dunkelfeld (rechts)

Heizplattenlieddauer 1158A „Probe 10“

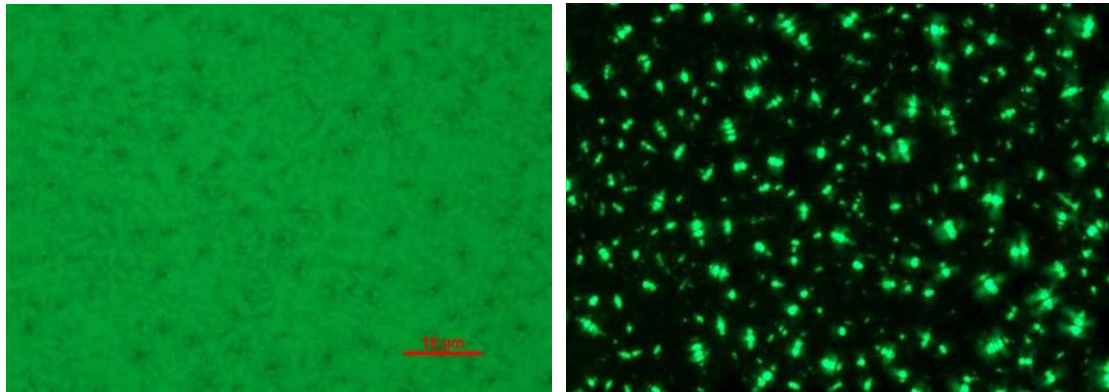


Abb. 58: Aufnahmen zur Heizplattenlieddauer 1158A „Probe 10“, 15sek Heizplattenlieddauer im Hellfeld (links) und im Dunkelfeld (rechts)

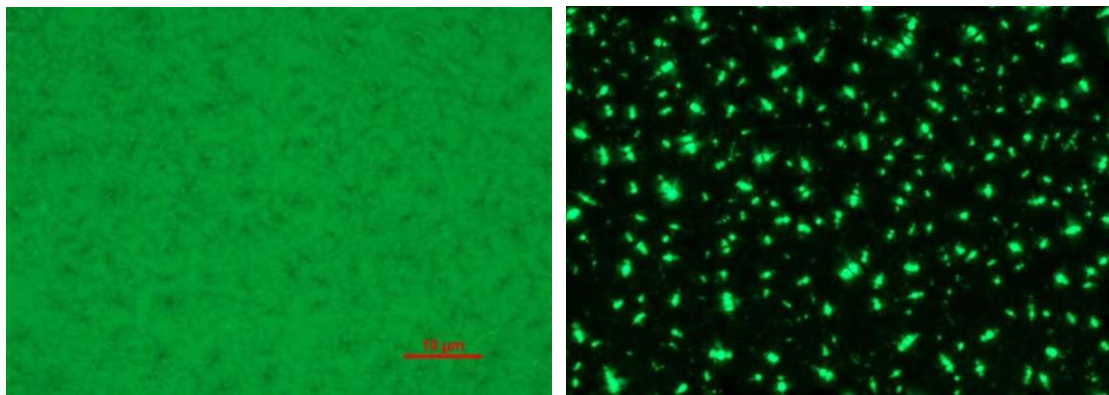


Abb. 59: Aufnahmen zur Heizplattenlieddauer 1158A „Probe 10“, 30sek Heizplattenlieddauer im Hellfeld (links) und im Dunkelfeld (rechts)

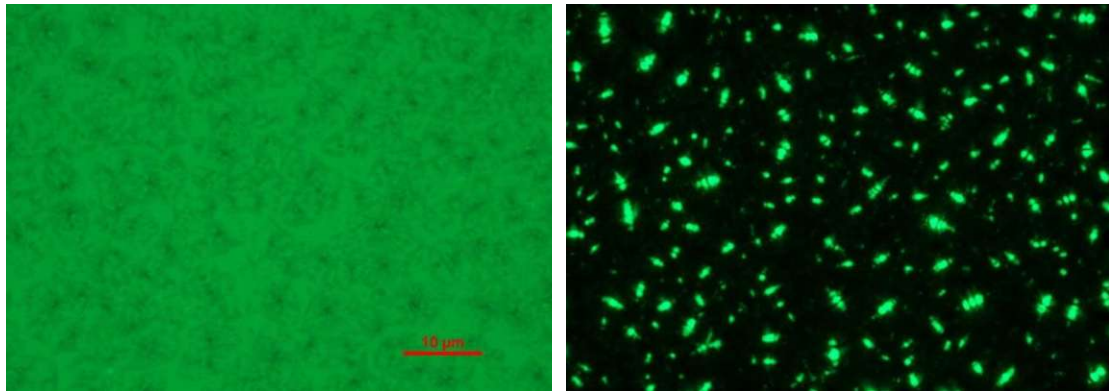


Abb. 60: Aufnahmen zur Heizplattenlieddauer 1158A „Probe 10“, 1min Heizplattenlieddauer im Hellfeld (links) und im Dunkelfeld (rechts)

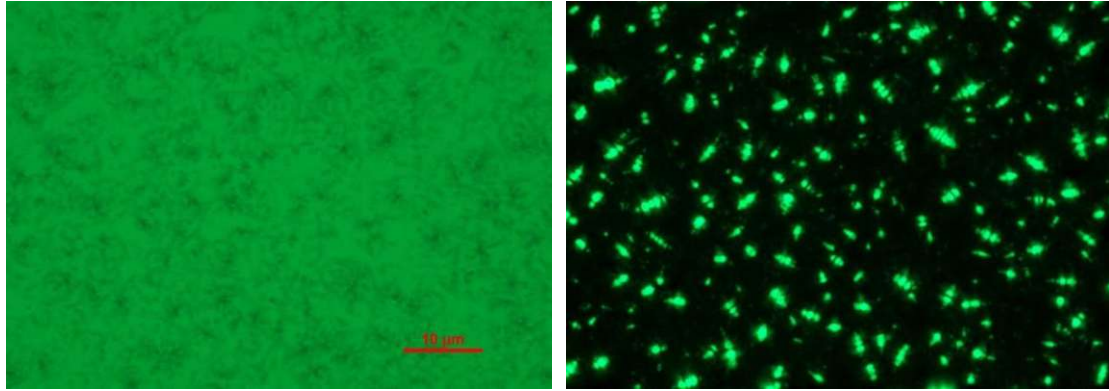


Abb. 61: Aufnahmen zur Heizplattenliegedauer 1158A „Probe 10“, 2min Heizplattenliegedauer im Hellfeld (links) und im Dunkelfeld (rechts)

Heizplattenliegedauer 1158B - RTFOT „Probe 11“

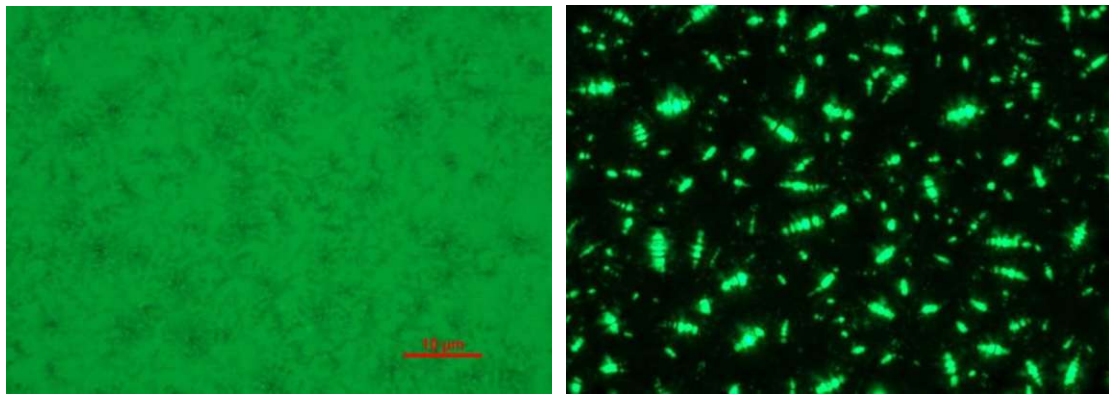


Abb. 62: Aufnahmen zur Heizplattenliegedauer 1158B „Probe 11“, 15sek Heizplattenliegedauer im Hellfeld (links) und im Dunkelfeld (rechts)

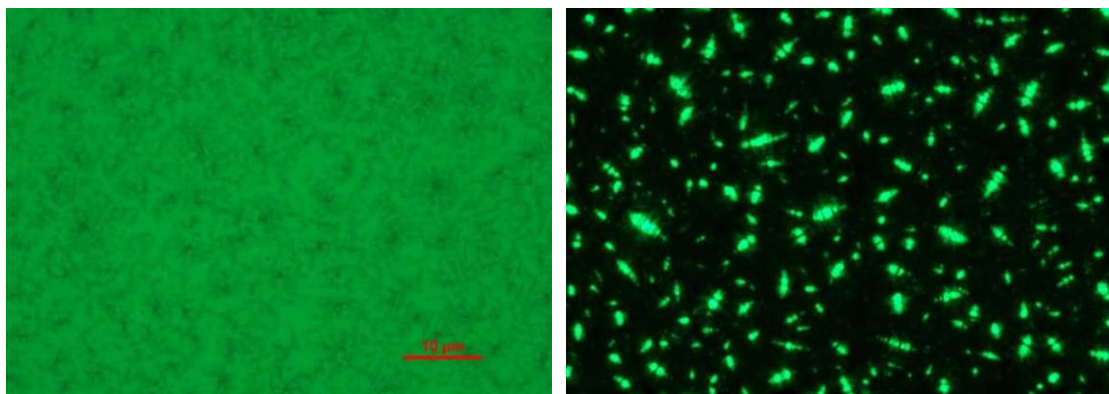


Abb. 63: Aufnahmen zur Heizplattenliegedauer 1158B „Probe 11“, 30sek Heizplattenliegedauer im Hellfeld (links) und im Dunkelfeld (rechts)

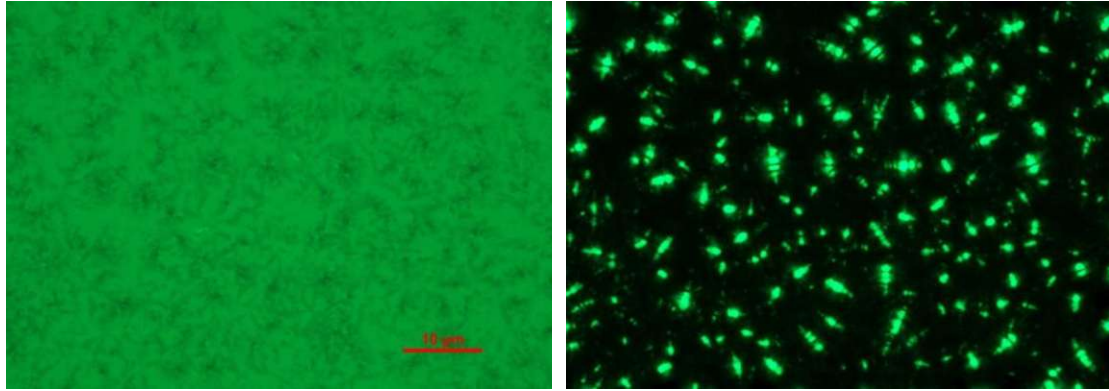


Abb. 64: Aufnahmen zur Heizplattenliegedauer 1158B „Probe 11“, 1min Heizplattenliegedauer im Hellfeld (links) und im Dunkelfeld (rechts)

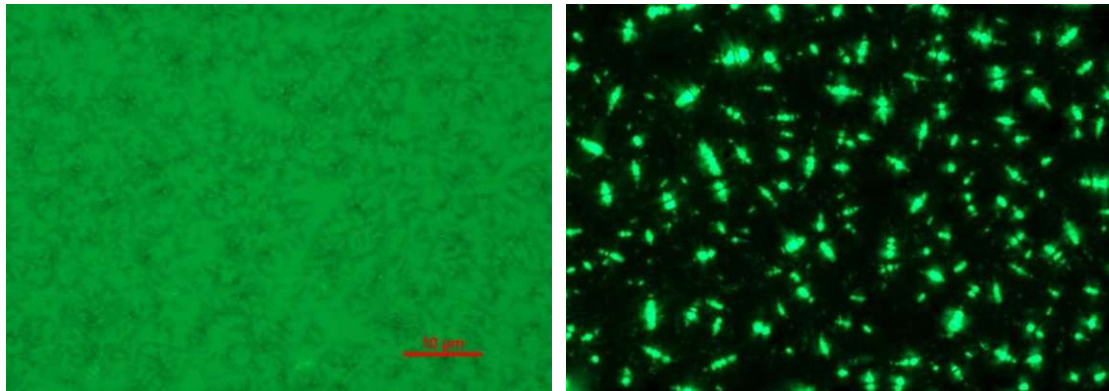


Abb. 65: Aufnahmen zur Heizplattenliegedauer 1158B „Probe 11“, 2min Heizplattenliegedauer im Hellfeld (links) und im Dunkelfeld (rechts)

Heizplattenliegedauer 1158C - PAV „Probe 11“

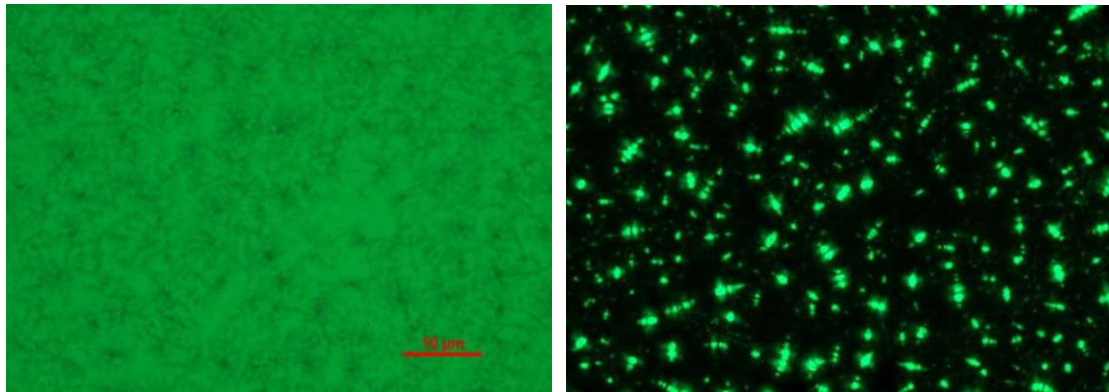


Abb. 66: Aufnahmen zur Heizplattenliegedauer 1158C „Probe 11“, 15sek Heizplattenliegedauer im Hellfeld (links) und im Dunkelfeld (rechts)

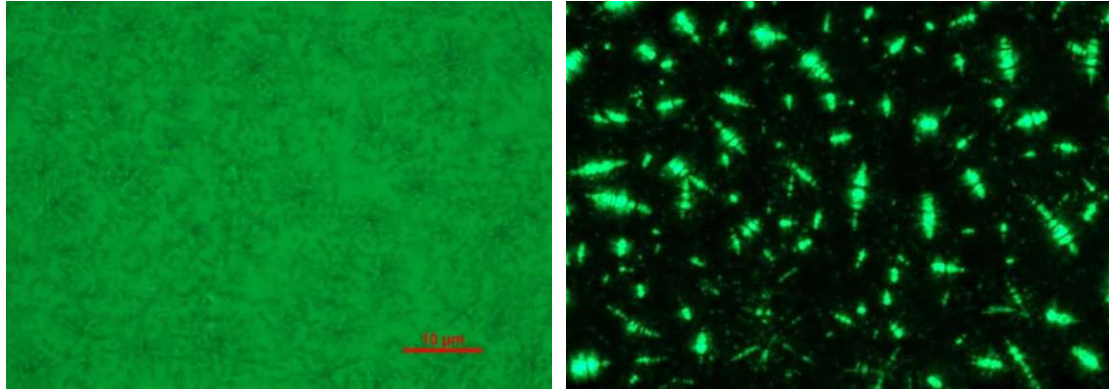


Abb. 67: Aufnahmen zur Heizplattenliegedauer 1158C „Probe 11“, 30sek Heizplattenliegedauer im Hellfeld (links) und im Dunkelfeld (rechts)

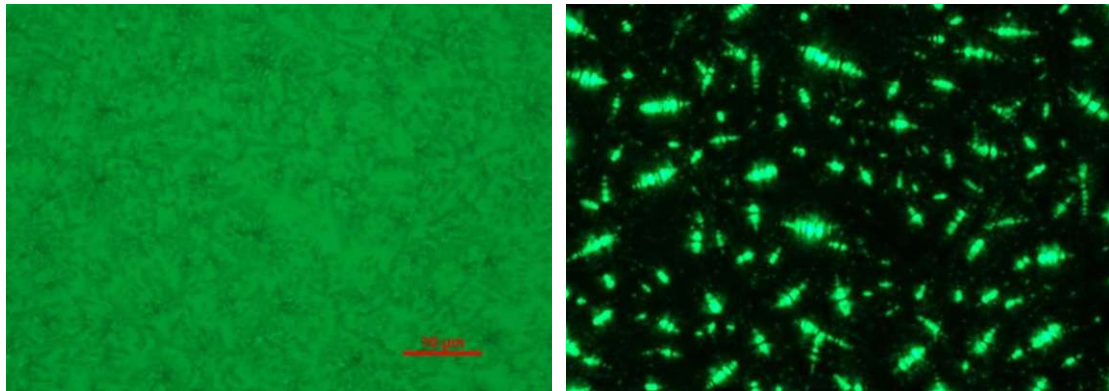


Abb. 68: Aufnahmen zur Heizplattenliegedauer 1158C „Probe 11“, 1min Heizplattenliegedauer im Hellfeld (links) und im Dunkelfeld (rechts)

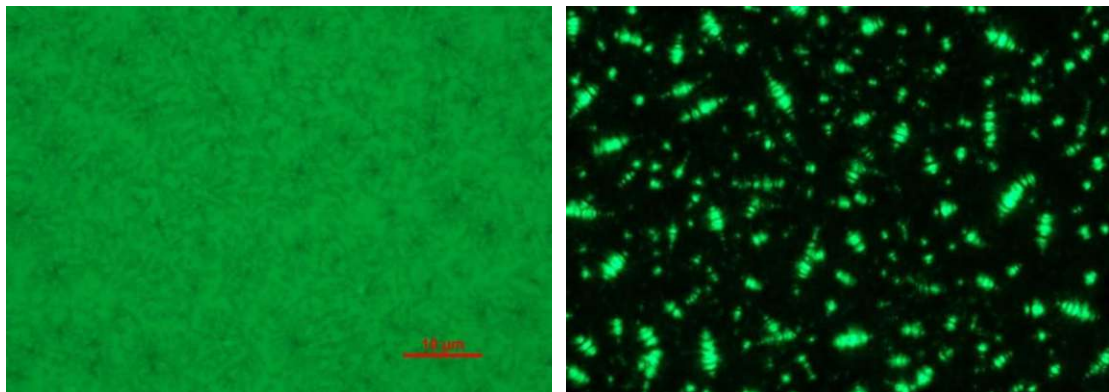


Abb. 69: Aufnahmen zur Heizplattenliegedauer 1158C „Probe 11“, 2min Heizplattenliegedauer im Hellfeld (links) und im Dunkelfeld (rechts)

Heizplattenliedauer 1188A - „Probe 12“

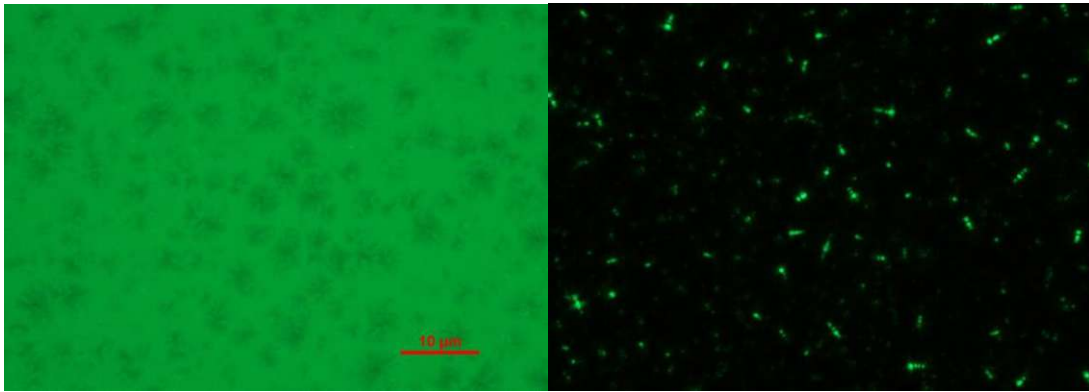


Abb. 70: Aufnahmen zur Heizplattenliedauer 1188A „Probe 12“, 15sek Heizplattenliedauer im Hellfeld (links) und im Dunkelfeld (rechts)

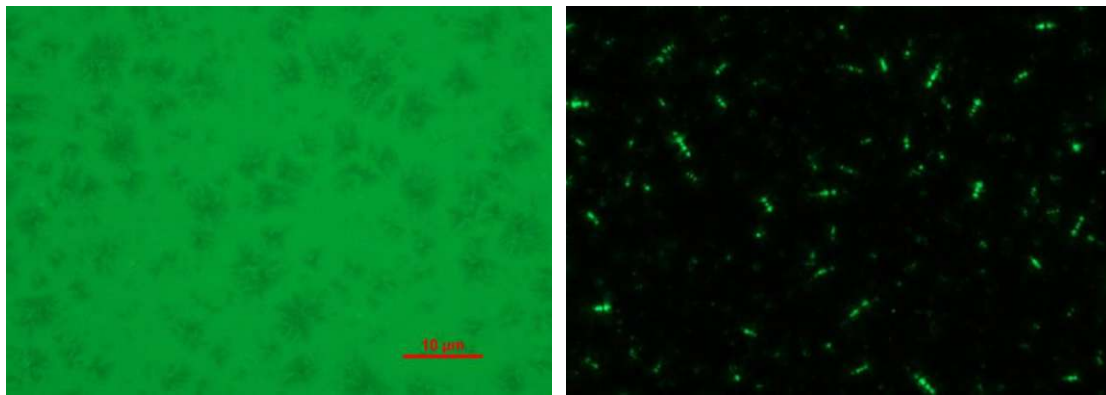


Abb. 71: Aufnahmen zur Heizplattenliedauer 1188A „Probe 12“, 30sek Heizplattenliedauer im Hellfeld (links) und im Dunkelfeld (rechts)

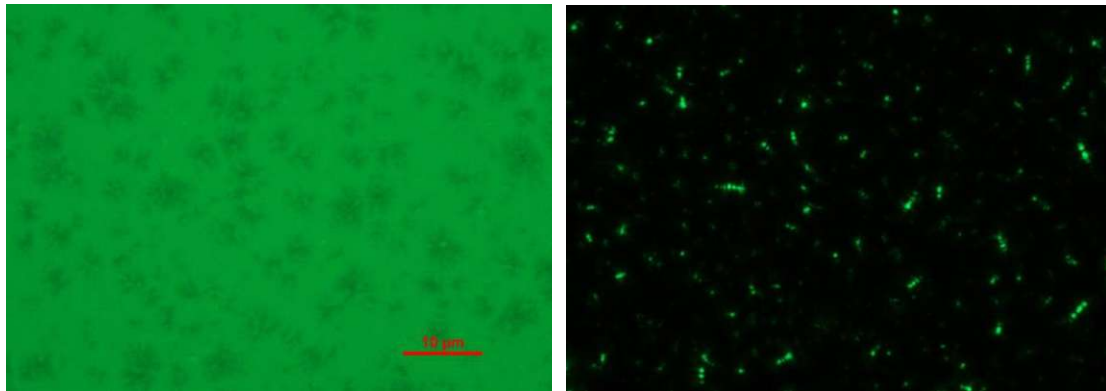


Abb. 72: Aufnahmen zur Heizplattenliedauer 1188A „Probe 12“, 1min Heizplattenliedauer im Hellfeld (links) und im Dunkelfeld (rechts)

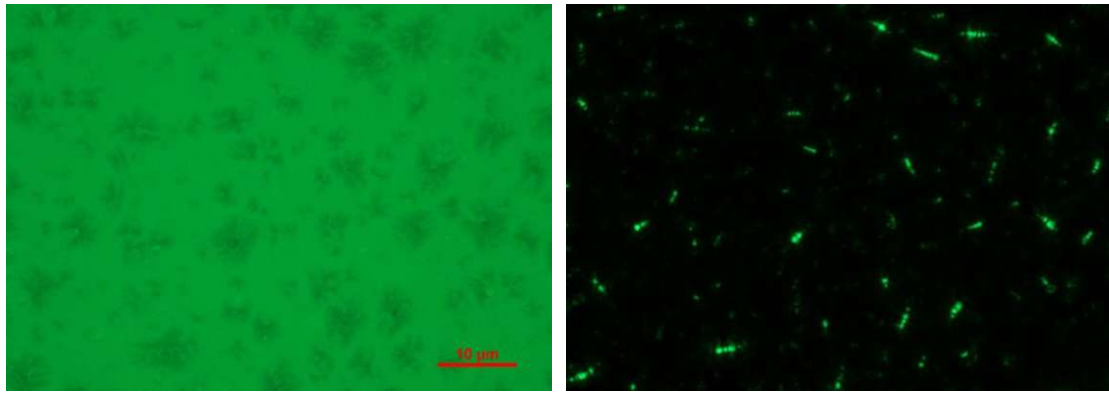


Abb. 73: Aufnahmen zur Heizplattenliegedauer 1188A „Probe 12“, 2min Heizplattenliegedauer im Hellfeld (links) und im Dunkelfeld (rechts)

Heizplattenliegedauer 1189A - „Probe 12“

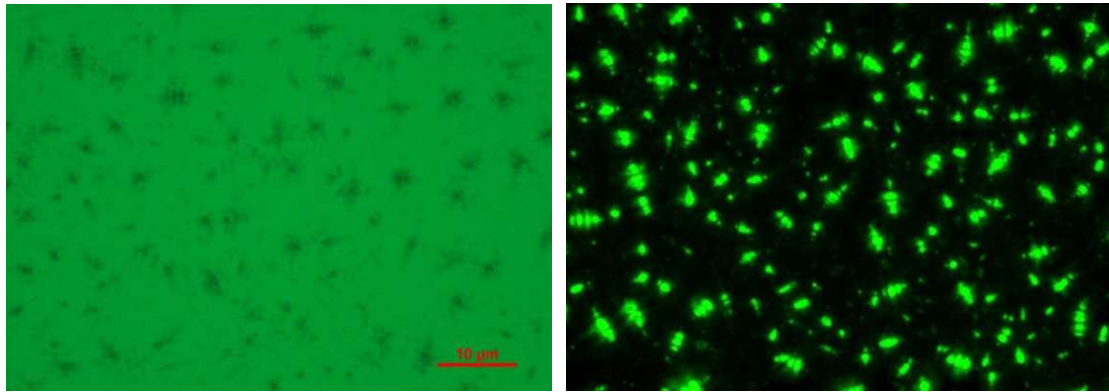


Abb. 74: Aufnahmen zur Heizplattenliegedauer 1189A „Probe 12“, 15sek Heizplattenliegedauer im Hellfeld (links) und im Dunkelfeld (rechts)

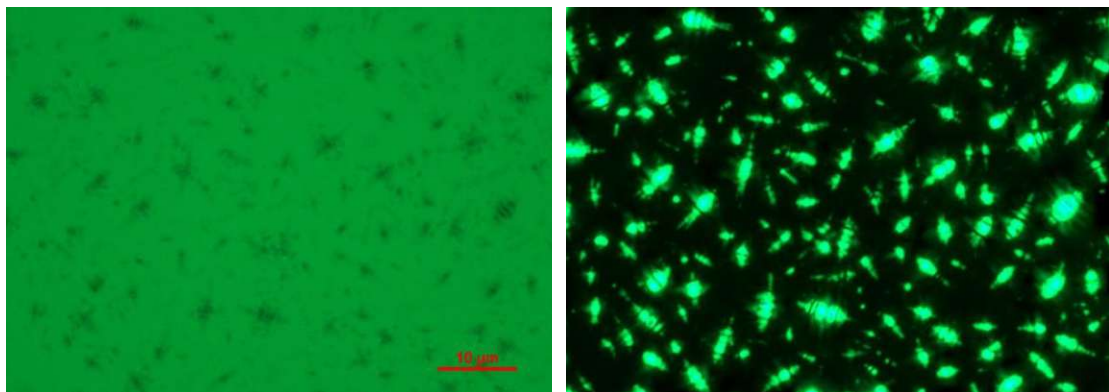


Abb. 75: Aufnahmen zur Heizplattenliegedauer 1189A „Probe 12“, 30sek Heizplattenliegedauer im Hellfeld (links) und im Dunkelfeld (rechts)

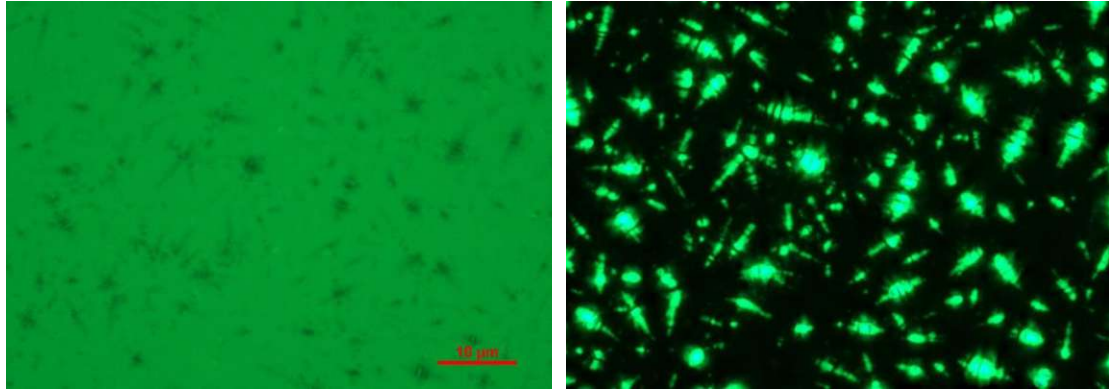


Abb. 76: Aufnahmen zur Heizplattenliegedauer 1189A „Probe 12“, 1min Heizplattenliegedauer im Hellfeld (links) und im Dunkelfeld (rechts)

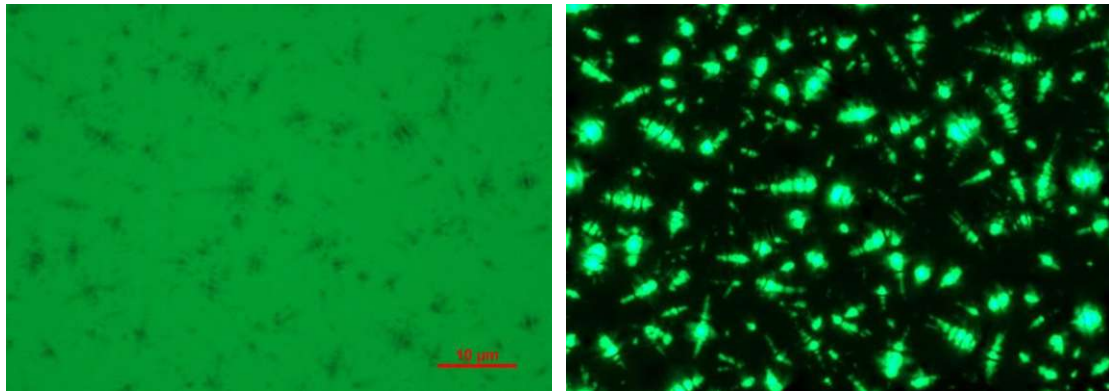


Abb. 77: Aufnahmen zur Heizplattenliegedauer 1189A „Probe 12“, 2min Heizplattenliegedauer im Hellfeld (links) und im Dunkelfeld (rechts)

9.3 Anhang zur Malten- und Asphaltstudie

Maltene - 1158A

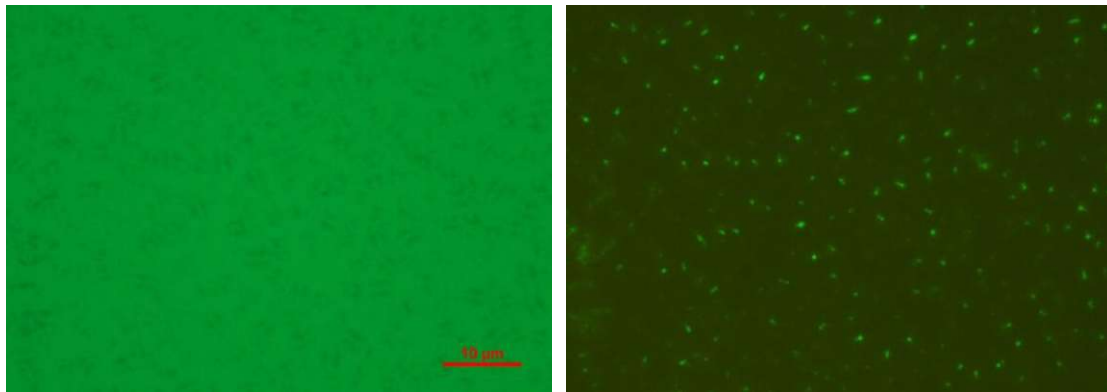


Abb. 78: Aufnahmen der Maltene 1158A im Hellfeld (links) und im Dunkelfeld (rechts)



Abb. 79: Aufnahme der Maltene 1158A in der Fluoreszenz

Zurückgeblendetes Bitumen - 1158A (50% Asphaltene)

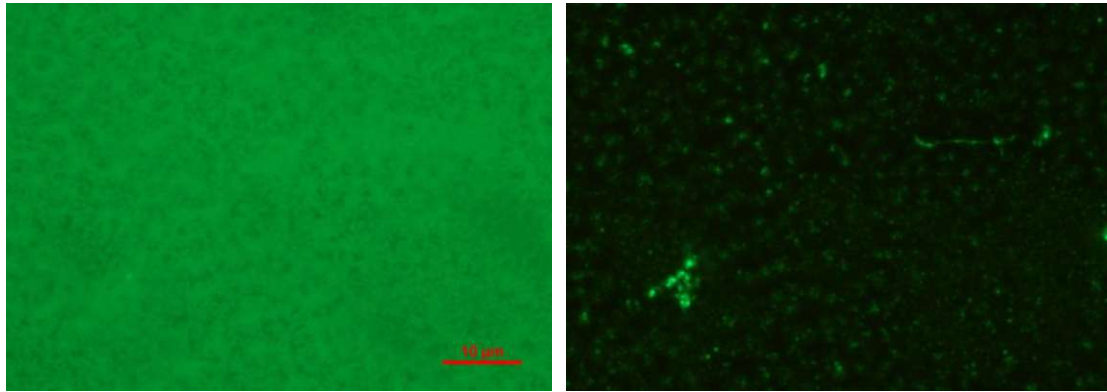


Abb. 80: Aufnahmen des zurückgeblendeten Bitumens mit 50% Asphaltene 1158A (2. Punkt) im Hellfeld (links) und im Dunkelfeld (rechts)

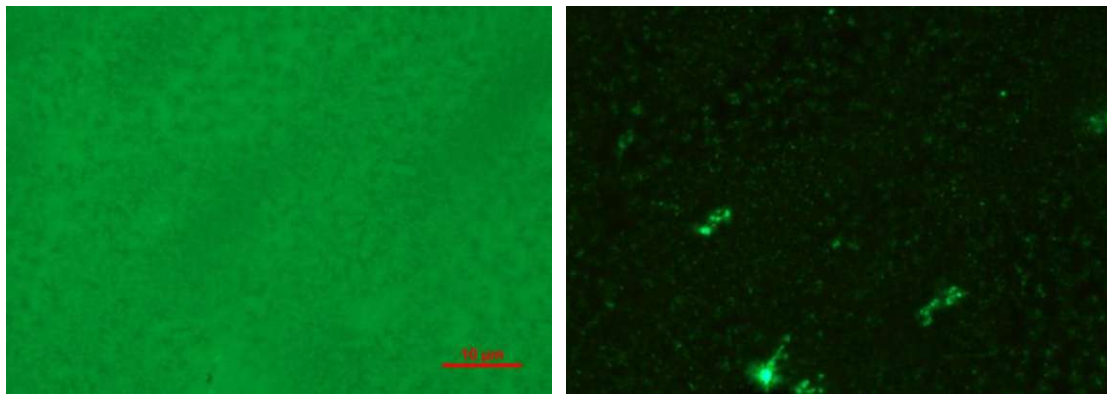


Abb. 81: Aufnahmen des zurückgeblendeten Bitumens mit 50% Asphaltene 1158A (3. Punkt) im Hellfeld (links) und im Dunkelfeld (rechts)

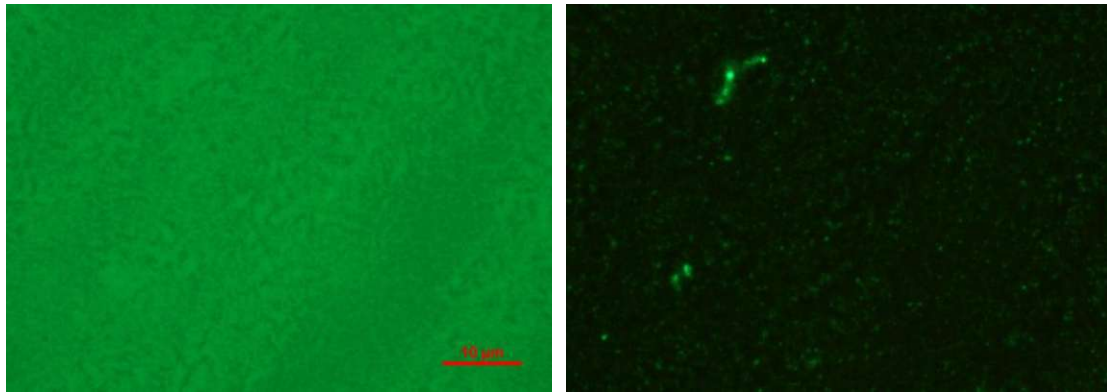


Abb. 82: Aufnahmen des zurückgeblendeten Bitumens mit 50% Asphaltene 1158A (4. Punkt) im Hellfeld (links) und im Dunkelfeld (rechts)

Zurückgeblendetes Bitumen - 1158A (100% Asphaltene)

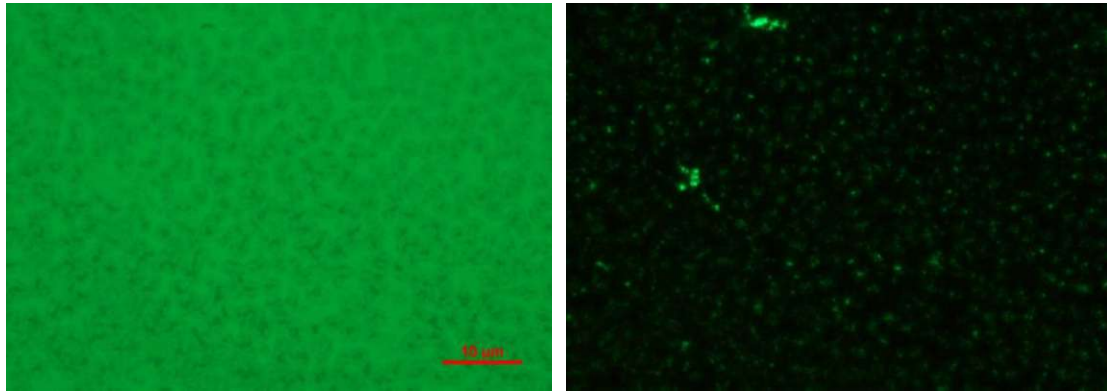


Abb. 83: Aufnahmen des zurückgeblendeten Bitumens mit 100% Asphaltene 1158A (1. Punkt) im Hellfeld (links) und im Dunkelfeld (rechts)

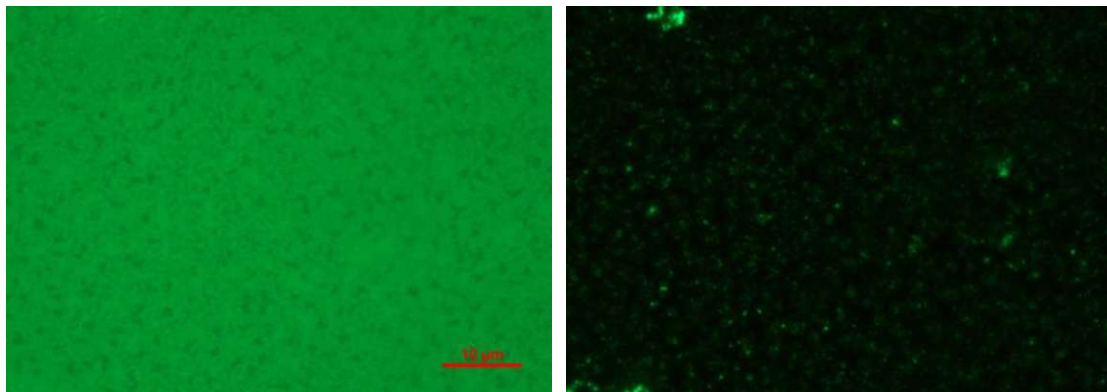


Abb. 84: Aufnahmen des zurückgeblendeten Bitumens mit 100% Asphaltene 1158A (2. Punkt) im Hellfeld (links) und im Dunkelfeld (rechts)

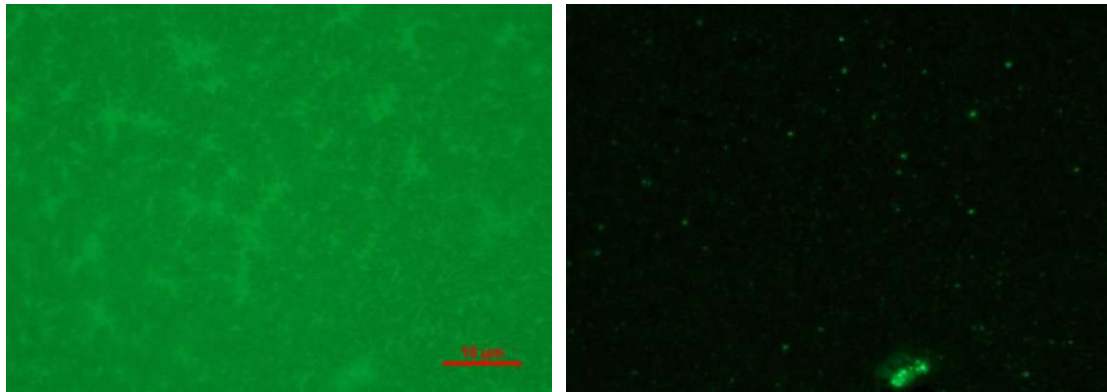


Abb. 85: Aufnahmen des zurückgeblendeten Bitumens mit 100% Asphaltene 1158A (3. Punkt) im Hellfeld (links) und im Dunkelfeld (rechts)

Maltene - 1188A

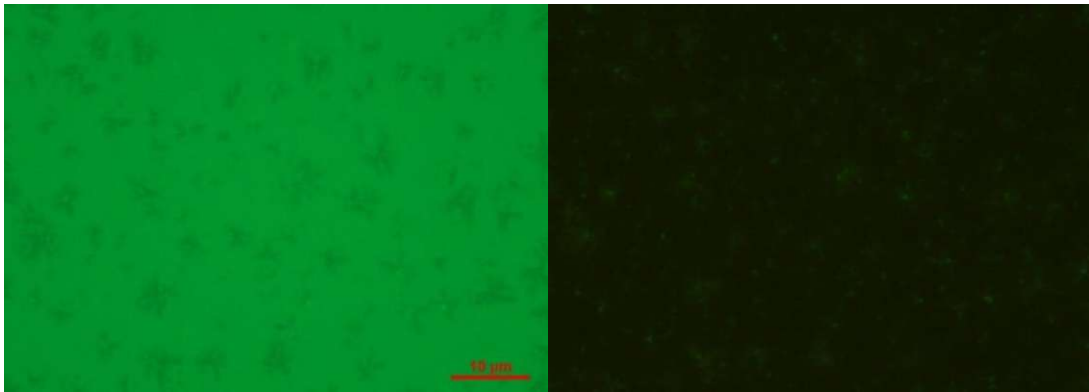


Abb. 86: Aufnahmen der Maltene 1188A im Hellfeld (links) und im Dunkelfeld (rechts)

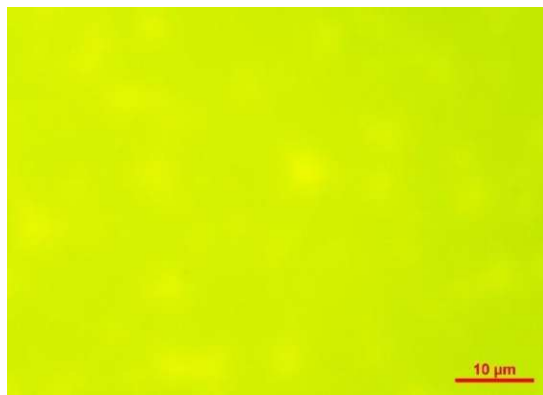


Abb. 87: Aufnahme der Maltene 1188A in der Fluoreszenz



Abb. 88: Aufnahmen der Maltene 1188A im Hellfeld (links) und im Dunkelfeld (rechts) – 5x-Objektiv

Zurückgeblendetes Bitumen - 1188A (100% Asphaltene)

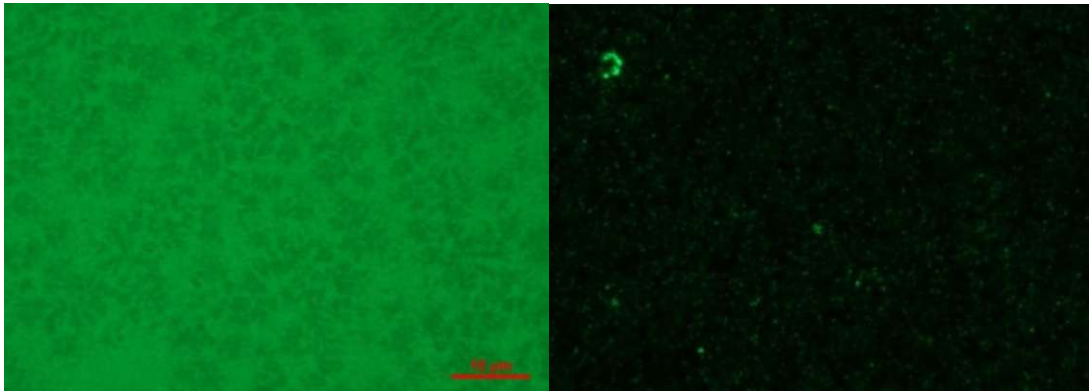


Abb. 89: Aufnahmen des zurückgeblendeten Bitumens mit 100% Asphaltene 1188A (1. Punkt) im Hellfeld (links) und im Dunkelfeld (rechts)

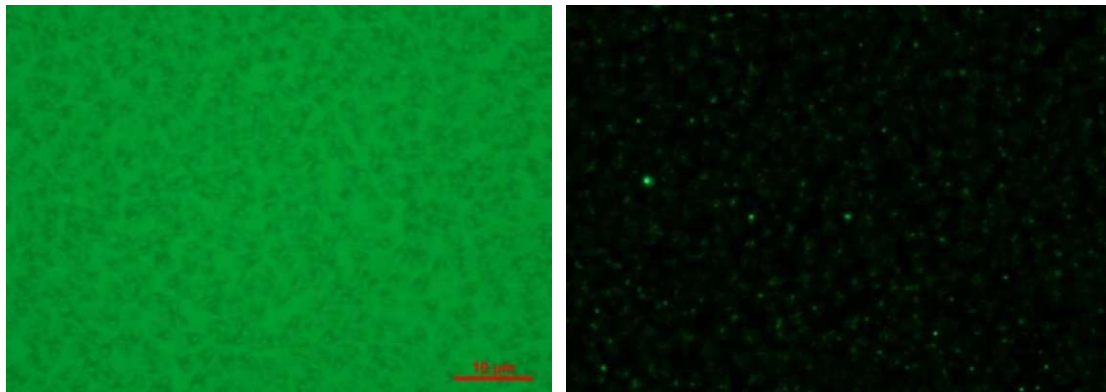


Abb. 90: Aufnahmen des zurückgeblendeten Bitumens mit 100% Asphaltene 1188A (2. Punkt) im Hellfeld (links) und im Dunkelfeld (rechts)

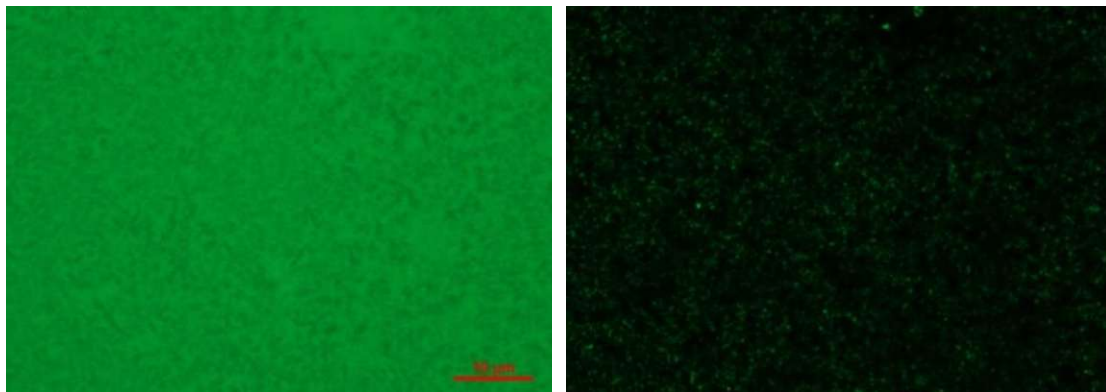


Abb. 91: Aufnahmen des zurückgeblendeten Bitumens mit 100% Asphaltene 1188A (3. Punkt) im Hellfeld (links) und im Dunkelfeld (rechts)

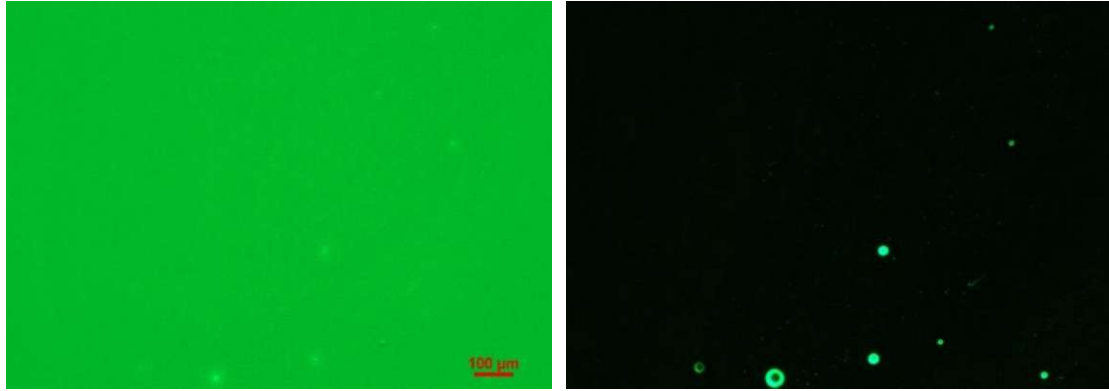


Abb. 92: Aufnahmen des zurückgeblendeten Bitumens mit 100% Asphaltene 1188A – 5x-Objektiv im Hellfeld (links) und im Dunkelfeld (rechts)

Maltene - 1189A

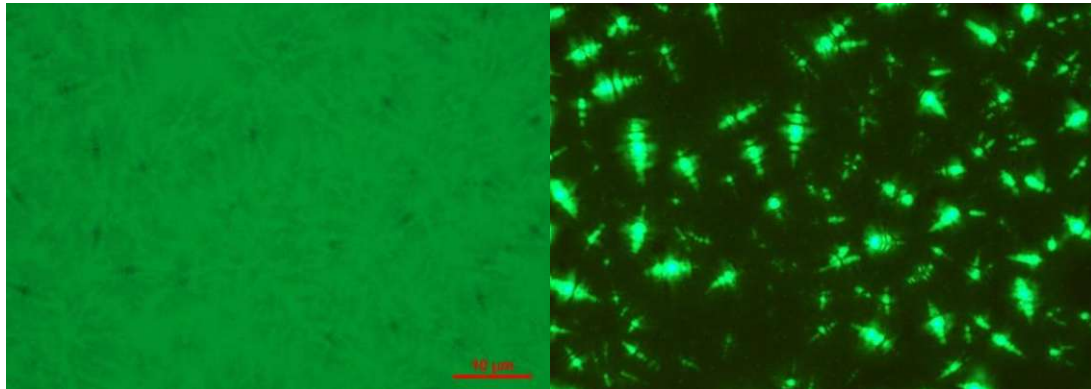


Abb. 93: Aufnahmen der Maltene 1189A im Hellfeld (links) und im Dunkelfeld (rechts)



Abb. 94: Aufnahme der Maltene 1189A in der Fluoreszenz

Zurückgeblendetes Bitumen - 1189A (100% Asphaltene)

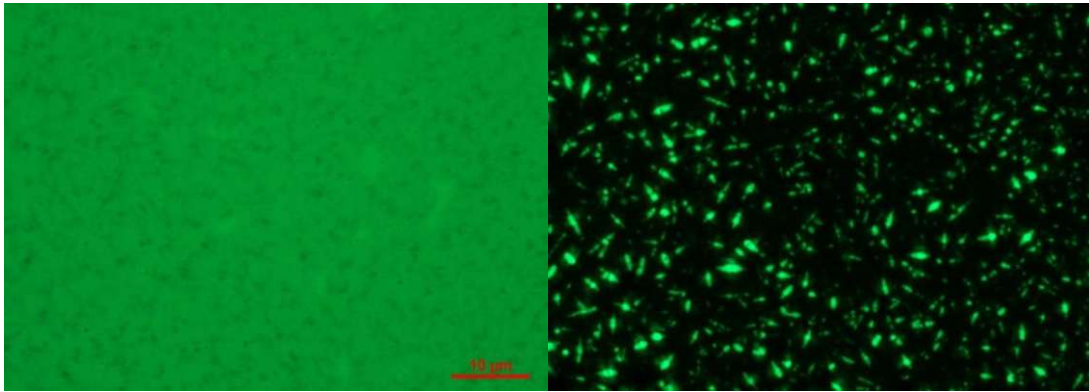


Abb. 95: Aufnahmen des zurückgeblendeten Bitumens mit 100% Asphaltene 1189A (1. Punkt) im Hellfeld (links) und im Dunkelfeld (rechts)

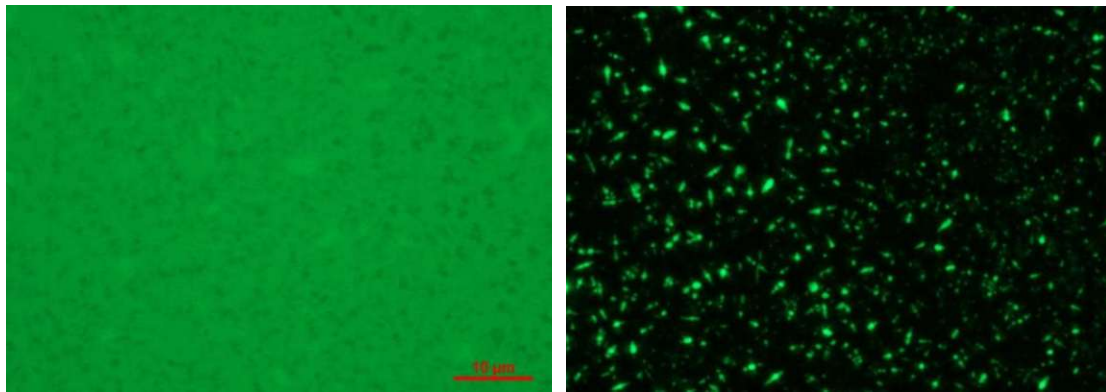


Abb. 96: Aufnahmen des zurückgeblendeten Bitumens mit 100% Asphaltene 1189A (2. Punkt) im Hellfeld (links) und im Dunkelfeld (rechts)

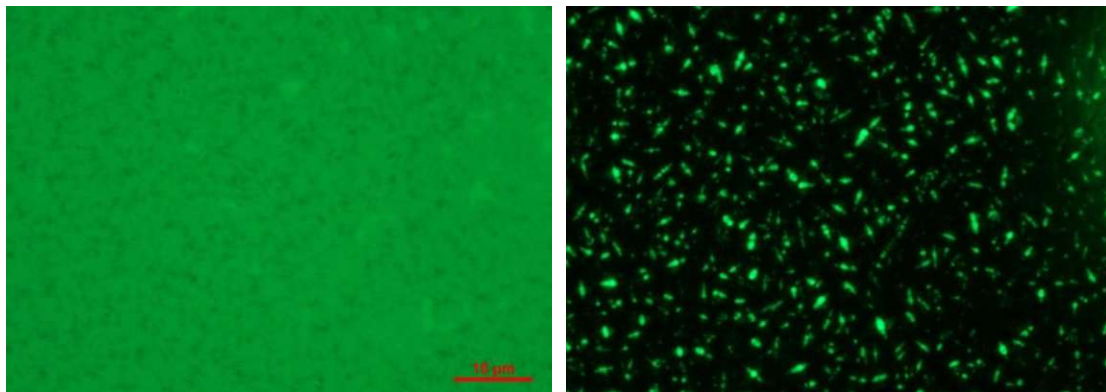


Abb. 97: Aufnahmen des zurückgeblendeten Bitumens mit 100% Asphaltene 1189A (3. Punkt) im Hellfeld (links) und im Dunkelfeld (rechts)

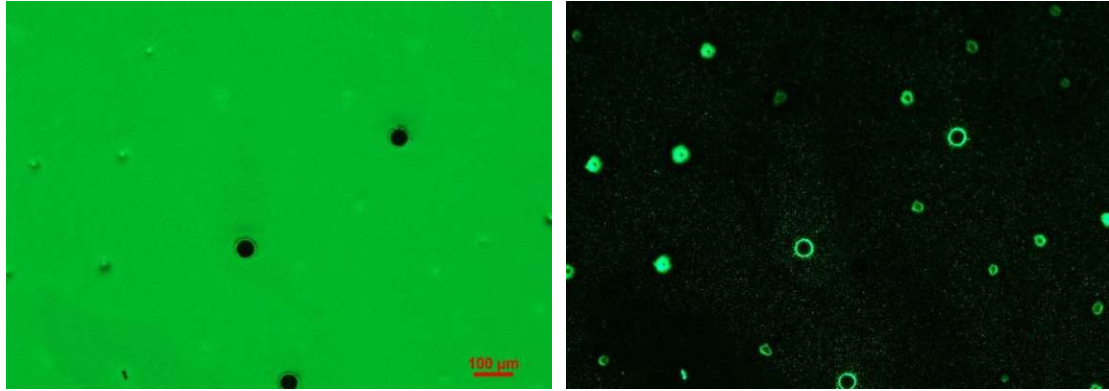


Abb. 98: Aufnahmen des zurückgeblendeten Bitumens mit 100% Asphaltene 1189A – 5x-Objektiv im Hellfeld (links) und im Dunkelfeld (rechts)