

Diploma Thesis

Impact of UV-VIS light on the aging process of Bitumen

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

DIPLOMARBEIT

Einfluss von Licht auf die Alterung von Bitumen

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

von

Bernard Maric, BSc

Matr.Nr.: 00925243

unter der Anleitung von

Univ.Prof. Dipl.-Ing. Dr.techn. **Bernhard Hofko**
Projektass. Dipl.-Ing. Dr.techn. **Johannes Mirwald**

Institut für Verkehrswissenschaften
Forschungsbereich Straßenwesen
Technische Universität Wien,
Karlsplatz 13/E230-03, A-1040 Wien

Wien, im August 2023

Danksagung

Nach einer lehrreichen und anspruchsvollen Studienzeit endet mit dieser Diplomarbeit mein Studium an der Technischen Universität Wien. An dieser Stelle möchte ich mich bei all jenen bedanken, die mich auf diesem Weg unterstützt und motiviert haben.

Zunächst möchte ich mich bei Herrn Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr.techn. Bernhard Hofko für die Möglichkeit meine Diplomarbeit unter seiner Aufsicht schreiben zu dürfen, bedanken. Ein weiterer Dank richtet sich an Projektass. Dipl.Ing. Dr.techn. Johannes Mirwald, welcher ein hervorragender Betreuer während der Ausarbeitung dieser Diplomarbeit war und mir mit seinem breiten Wissen tatkräftig zur Seite stand.

Zusätzlich danke ich meiner wundervollen Frau Marija und meiner Familie, die mich immer im Zuge meines Studiums unterstützt haben.

Kurzfassung

Bitumen ist ein organisches Material, welches im Zuge der Aufbereitung von Erdöl als Destillationsrückstand gewonnen wird und sich durch seine Langlebigkeit und wasserabweisenden Eigenschaften auszeichnet. Aufgrund seiner temperaturabhängigen, visko-elastischen Materialeigenschaften wird Bitumen als Bindemittel im Straßenbau und als Dichtmittel in der Dachabdichtung verwendet. Bitumen ist während seines Einsatzes unterschiedlichen Temperaturschwankungen, mechanischen und chemischen Beanspruchungen, Reaktivgasen (ROS) und der Sonneneinstrahlung ausgesetzt. Diese Einflüsse führen zu einem Alterungsprozess im Bitumen, welcher meist irreversibel ist und letztendlich zum Versagen des Werkstoffes beiträgt. Da Bitumen eines der wichtigsten industriellen Produkte im Straßenbau darstellt, ist es von großem Interesse diese Alterung im Labor zu simulieren, um die komplexen Alterungsprozesse besser verstehen zu können und ihnen entgegenzuwirken. In den aktuellen Labor-Langzeit-Alterungsmethoden, dem Pressure Ageing Vessel Test (PAV) und dem Viennese Binder Ageing (VBA) fließt die Sonneneinstrahlung als Einflussfaktor in den Alterungsprozess nicht ein.

Ziel dieser Arbeit war es den Einfluss des sichtbaren Lichtes (VIS), welches 43% der Gesamtstrahlung auf der Erdoberfläche ausmacht, auf die Alterung des Bitumens zu untersuchen. Zusätzlich wurden die Wellenlängenbereiche 365nm und 405nm untersucht, da diese aus Vorstudien eine interessante Interaktion mit dem Material gezeigt hatten. Um den Einfluss von Licht auf die Bitumenalterung besser zu verstehen, wurden einerseits rein photooxidative Alterungsversuche, sowie Kombinationsversuche bei erhöhten Temperaturen durchgeführt. Hierbei wurden die Bitumenfilme mittels Heizplatte erhitzt bzw. von einer Lampe bei einer definierten Höhe bestrahlt. Neben diesen Langzeit-Lichtalterungsversuchen wurden zudem reine Langzeit-Temperaturalterungsversuche durchgeführt, welche als wichtige Referenz für die temperaturinduzierte Alterung dienen.

Zusammenfassend lässt sich sagen, dass das Licht in den untersuchten Wellenlängenbereichen VIS, 365nm und 405nm unter reiner Lichteinwirkung zu einem sehr geringen Alterungsprozess im Bindemittel führt. Dieser ist jedoch bei Kombination aus Licht- und Temperatur deutlich stärker ausgeprägt, sowohl auf chemischer als auch auf mechanischer Seite. Es konnte festgestellt werden, dass dieser Alterungsanstieg der Kombinationsversuche nicht nur durch die Addition der Einzelversuche (Lichtversuche + Referenzversuch Temperatur) zurückzuführen ist. Der erhöhte Alterungswert deutet auf einen Synergismus zwischen Licht und Temperatur hin. Das sichtbare Licht (VIS) hat bei den untersuchten Wellenlängenbereichen den größten Einfluss auf die Alterung vom Bitumen.

Abstract

Bitumen is an organic material, which is obtained as a distillation residue during the extraction of petroleum and is characterized by its durability and water repellent properties. Due to its temperature dependent, visco-elastic material properties, bitumen is used as a binder in road constructions and as a sealant in roof waterproofing. During its lifetime, bitumen is exposed to various temperature fluctuations, mechanical and chemical stresses, reactive gases (ROS) and solar radiation. These influences lead to an aging process in bitumen, which is usually irreversible and ultimately contributes to the failure of the material. Since bitumen is one of the most important industrial products in road construction, it is of great interest to simulate the aging in the laboratory in order to better understand the complex aging procedures and to counteract them. In the current laboratory long-term aging methods, the Pressure Aging Vessel Test (PAV) and the Viennese Binder Aging (VBA), solar radiation is not included as an influencing factor in the aging process.

The objective of this work was to investigate the influence of visible light (VIS), which accounts 43% of the total radiation on the earth's surface, on the aging of bitumen. In addition the wavelength ranges of 365nm and 405nm were examined, as these had shown an interesting interaction with the material in preliminary studies. In order to better understand the influence of light on bitumen aging, purely photo-oxidative aging tests as well as combination tests at elevated temperatures were carried out. Here the bitumen films were heated, using a hot plate or were irradiated by a lamp at a defined height. In addition to these long-term light aging tests, pure long-term temperature aging tests were also carried out, which served as important reference values for temperature-induced aging.

In summary it can be said that light in the examined wavelength ranges VIS, 365nm and 405nm leads under the influence of light alone to a very low aging level of the binder. The aging process is much more pronounced with a combination of light and temperature, both on the chemical and on the mechanical side. It could be determined that this increase in aging of the combination tests is not only due to the addition of the individual tests (light tests + temperature reference test). The increased aging value indicates a synergism between light and temperature. Visible light (VIS) has the greatest influence on bitumen aging in the examined wavelength ranges.

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung und Motivation	1
2	Theoretischer Hintergrund - Bitumen.....	2
2.1	Allgemeines	2
2.2	Gewinnung und Aufbereitung	3
2.3	Chemische Zusammensetzung	4
2.4	Bitumenklassifizierung.....	4
2.5	Bitumenalterung	5
2.6	Alterungsstufen.....	6
2.7	Alterungsmethoden	7
2.7.1	Kurzzeitalterung – Rolling Thin Film Oven Test („RTFOT“)	7
2.7.2	Langzeitalterung – Pressure Ageing Vessel („PAV“)	7
2.8	Prüf- und Analyseverfahren.....	8
2.8.1	Dynamisches Scherrheometer „DSR“ (gem. ÖNROM EN 14770).....	8
2.8.2	ATR-FTIR Spektroskopie	9
3	Theoretischer Hintergrund - Sonneneinstrahlung.....	11
3.1	Solare Einstrahlung	11
3.2	Globale Strahlungsbilanz - Atmosphäre	12
3.3	Elektromagnetisches Lichtspektrum	14
3.4	Spektrale Verteilung der Sonnenstrahlung	15
4	Versuchsaufbau und - durchführung	17
4.1	Verwendetes Bitumen	17
4.2	Verwendete Lampen	17
4.2.1	Lucky Reptile Bright Sun UV Desert – 50W	17
4.2.2	Thorlabs Lampen	18
4.2.3	CoolLED pE-4000	20
4.3	Probenvorbereitung & Kurzzeitalterung.....	22

4.4	Langzeitalterungsversuche.....	23
4.4.1	Langzeitalterung durch Lichteinfluss.....	23
4.4.2	Langzeitalterung durch Licht- und Temperatureinfluss	24
4.5	Analysemethoden.....	27
4.5.1	ATR-FTIR.....	27
4.5.2	DSR	29
5	Versuchsprogramm	30
5.1	Referenzproben.....	30
5.1.1	Referenzprobe 1: REF 70/100	30
5.1.2	Referenzprobe 2: 80°-Ref	31
6	Ergebnisse und Diskussion	32
6.1	Hauptversuch	32
6.1.1	ATR-FTIR Spektren	33
6.1.2	Alterungsindex AI_{FTIR}	36
6.1.3	DSR	38
6.1.4	Chemisch-Mechanische Korrelation (CMC).....	40
6.2	Nebenversuch 1	41
6.2.1	ATR-FTIR Spektren	42
6.2.2	Alterungsindex AI_{FTIR}	44
6.2.3	DSR	45
6.2.4	Chemisch-Mechanische Korrelation (CMC).....	47
6.3	Nebenversuch 2	48
6.3.1	ATR-FTIR Spektren	49
6.3.2	Alterungsindex AI_{FTIR}	50
6.3.3	DSR	51
6.3.4	Chemisch-Mechanische Korrelation (CMC).....	53
7	Zusammenfassung und Ausblick.....	54
8	Literaturverzeichnis	56

9	Abbildungsverzeichnis.....	58
10	Tabellenverzeichnis.....	61
11	Anhang.....	62
11.1	Fotodokumentation der gealterten Bitumenproben.....	62

1 Einleitung und Motivation

Bitumen ist während seiner Lebensdauer unterschiedlichen Einflüssen ausgesetzt, welche einen Alterungsprozess im Bitumen induzieren. Dieser ist meist irreversibel und trägt wesentlich zum Versagen des Werkstoffes bei. Um die komplexen Alterungsprozesse besser verstehen und in weiterer Folge ihnen auch entgegenwirken zu können, ist eine realitätsnahe Simulation der Langzeitalterung von Bitumen von großer Bedeutung. In den aktuellen Labor-Langzeit-Alterungsmethoden, dem Pressure Ageing Vessel Test (PAV) und dem Viennese Binder Ageing (VBA) fließt die Sonneneinstrahlung als Einflussfaktor in den Alterungsprozess nicht ein.

Ziel dieser Arbeit ist es diesen Alterungsprozess, welcher durch die Sonneneinstrahlung induziert wird, näher zu untersuchen. Den Hauptkern dieser Untersuchungen bildet der Einfluss des sichtbaren Lichtes auf den Alterungsablauf. Zudem werden noch die Wellenlängenbereiche 365nm und 405nm untersucht, um einen Vergleich aufstellen zu können, bei welchem Licht das Bindemittel einen stärkeren Alterungsgrad erfährt. Der theoretische Teil widmet sich einerseits den Grundlagen des Bitumens, welche für das Verständnis des komplexen Alterungsprozesses notwendig sind und andererseits den Grundlagen der spektralen Verteilung der Sonneneinstrahlung auf der Erde. Im Kapitel 4 werden die im Zuge der Versuche verwendeten Materialien, die Probevorbereitung, die durchgeführten Kurz- und Langzeitalterungsversuche, sowie die Analysemethoden näher erklärt. Anschließend wird das durchgeführte Versuchsprogramm, sowie dessen Auswertung beschrieben. Abschließend werden in der Zusammenfassung die Erkenntnisse aus den Versuchen geschildert und ein Ausblick auf weitere Forschungsmöglichkeiten geboten.

2 Theoretischer Hintergrund - Bitumen

2.1 Allgemeines

Bitumen ist ein schwerflüchtiges, dunkelfarbiges, komplexes Gemisch verschiedener organischer Substanzen, welches im Zuge der Aufbereitung von Erdöl als Destillationsrückstand beim Raffinerieprozess gewonnen wird. [1]

Das Bitumen ist ein temperaturabhängiges, visko-elastisches Material, welches sich durch seine Langlebigkeit und seine wasserabweisenden Eigenschaften auszeichnet. Bei Umgebungstemperatur weist es einen nahezu festen Zustand auf.

Laut Asphalt Institute and Eurobitume beträgt die jährliche Produktion (Stand 2015) von Bitumen ungefähr 87 Millionen Tonnen [2]. Wie der Abb.1 zu entnehmen ist, bilden sich zwei Haupteinsatzbereiche des Bitumens ab. Bitumen wird vorwiegend (85% des jährlich hergestellten Bitumen) als Bindemittel zur Herstellung von Asphaltstraßen verwendet. Bis zu den 1970er Jahren wurde Teer als Bindemittel für den Straßenbau verwendet. Aufgrund seiner krebserregenden Eigenschaften wurde es jedoch vollständig durch Bitumen ersetzt. Aufgrund seiner wasserabweisenden und abdichtenden Eigenschaften kommt Bitumen (10% des jährlich hergestellten Bitumen) als Dachabdichtung (Dachabdichtungsbahnen) zum Einsatz. Die restlichen 5% des hergestellten Bitumens werden in unterschiedlichen Bereichen als Isoliermaterial, zur Schalldämmung, Bitumenfarben etc. eingesetzt. [1] [2]

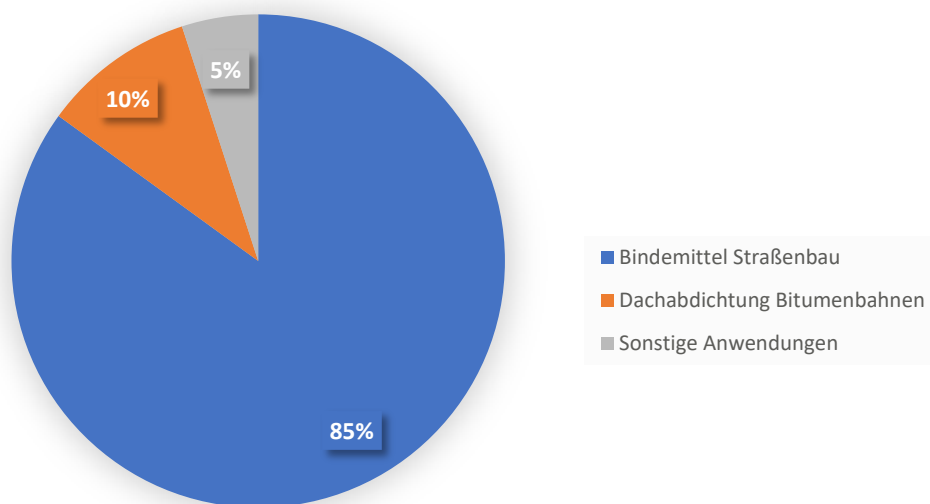


Abb.1: Anwendungsbereiche Bitumen [2]

2.2 Gewinnung und Aufbereitung

Bitumen wird im Zuge der Aufbereitung von Erdöl in einer Erdölraffinerie als Destillationsrückstand gewonnen. Die einzelnen Destillationsvorgänge zur Gewinnung von Bitumen werden in Abb.2 schematisch dargestellt. Im ersten Schritt wird das Rohöl auf 350-400°C im Röhrenofen erhitzt. Unter atmosphärischem Druck kommt es in der Destillationskolonne aufgrund der unterschiedlichen Siedetemperaturen zu einer stufenweisen Trennung der verschiedenen Bestandteile des Erdöls. In diesem Schritt wird das Erdöl von seinen leichten Bestandteilen wie z.B. Leichtbenzin, Kerosin, verschiedene Gase und Petroleum gelöst. Die Destillationskolonne weist mehrere Ebenen (sogenannte Glocken) auf, über welche die einzelnen Destillationsprodukte abtropfen können. Das verbleibende Gasöl wird in einem zweiten Röhrenofen eingeleitet und über eine weitere Destillationskolonne bei reduziertem Druck von etwa 50 mbar unter Vakuum von seinen schweren Bestandteilen wie z.B. Schmieröl und Paraffin getrennt. Das Bitumen, welches den schwersten Bestandteil bildet, bleibt als Destillationsrückstand am Boden des Gefäßes übrig. Dieses Bitumen wird als Destillationsbitumen bezeichnet und kann durch unterschiedliche Verfahren aufbereitet werden, um die Eigenschaften des Bindemittels zu modifizieren. Zu diesen Aufbereitungsprozessen zählen das Einblasen von Luft (Oxidationsbitumen), die Zugabe von Lösemitteln (Fluxbitumen), die Zugabe von Polymer (Polymerbitumen) und die Zugabe von Wasser und Emulgatoren (Bitumenemulsion). [3]

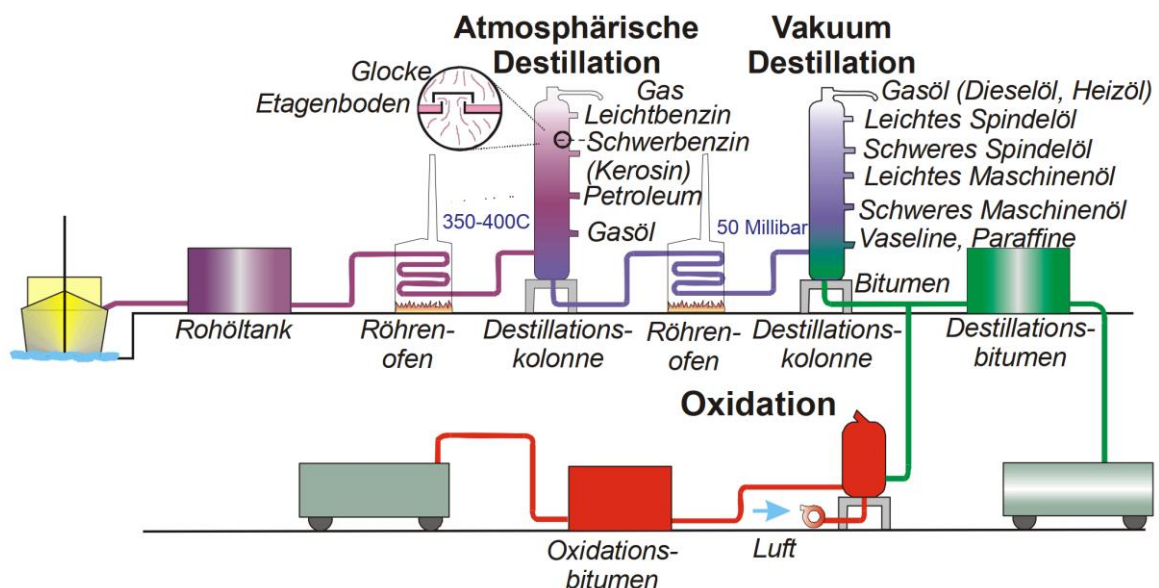


Abb.2: Schematische Darstellung der Bitumengewinnung aus Rohöl [3]

2.3 Chemische Zusammensetzung

Die chemische Zusammensetzung von Bitumen hängt stark vom Rohölursprung ab. Je nach geographischer Herkunft des Rohöls kann das Bitumen sehr unterschiedlich zusammengesetzt sein. Das Bitumen ist ein komplexes Gemisch aus verschiedenen Kohlenwasserstoffverbindungen, welche meistens durch Heteroatome wie Schwefel, Stickstoff, Sauerstoff oder Metalle wie Nickel, Vanadium oder Eisen ergänzt werden. [1] [4]

Tab.1: Hauptbestandteile Bitumen [1]

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

2.4 Bitumenklassifizierung

Die Nadelpenetration gem. ÖNORM EN 1426 dient zur Klassifizierung und Bestimmung der Konsistenz von Bitumen und bitumenhaltigen Bindemitteln. Die Prüfung erfolgt in einem Wasserbad bei 25°C. Eine genormte Nadel wird mit einem Eigengewicht von 100g in die Bitumenprobe gedrückt. Die Eindringtiefe der Nadel in [1/10mm] wird nach fünf Sekunden gemessen. Durch die gemessene Eindringtiefe erfolgt die Klassifizierung des Bitumens. [5]

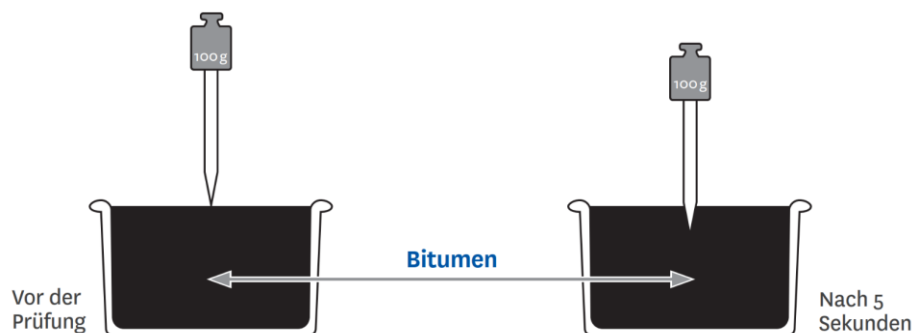


Abb.3: Schematisch Darstellung der Nadelpenetration [5]

2.5 Bitumenalterung

Bitumen ist ein organisches Material, welches auf die Umgebungsbedingungen und Einwirkungen mit Veränderungen reagiert. Das Bitumen ist während seiner „Lebensdauer“ Temperaturschwankungen, mechanischen und chemischen Beanspruchungen, unterschiedlichen Gasen (ROS) und der Sonneneinstrahlung ausgesetzt. Durch diese Einwirkungen kommt es zu einem Alterungsprozess im Bitumen, welcher meist irreversibel ist. Die Gebrauchseigenschaften werden verschlechtert, das Bitumen wird härter und spröde bis es schlussendlich versagt. [6]

Aufgrund seiner organischen Natur ist Bitumen anfällig auf die in der Luft enthaltenen reaktiven Sauerstoffspezies (ROS) und UV-Strahlung. Zu den ROS (reactive oxygen species) zählen Stickoxide (NO_x), Ozon (O_3) und Hydroxyl-Radikale ($\text{OH}\cdot$).

Der Kontakt der Bitumenoberfläche mit Luft oder UV-Strahlung führt zu einem Oxidationsprozess im Material. Im Zuge dieses oxidativen Alterungsprozesses wird Sauerstoff in das Material eingebaut und es werden Carbonyl- und Sulfoxidgruppen gebildet, welche die chemischen Eigenschaften des Bindemittels verändern und unter anderem als direkter Indikator für die stattgefundene Alterung im Bitumen genutzt werden können. [7]

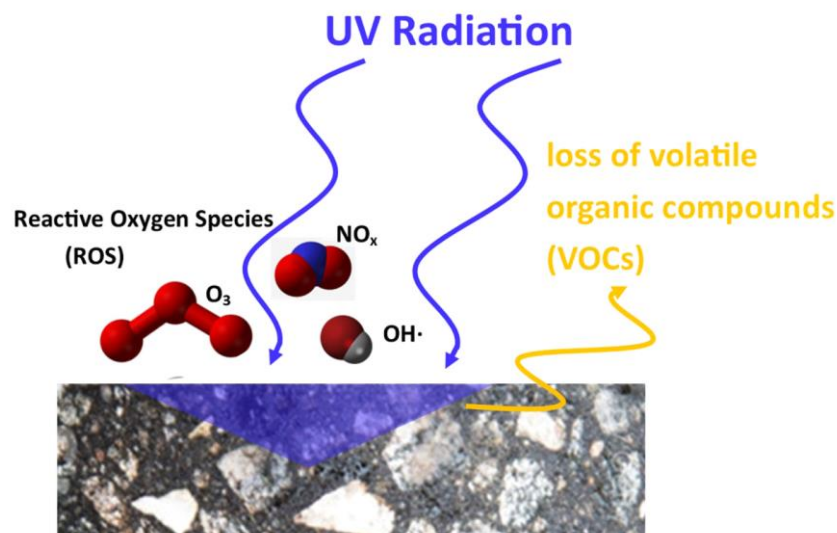


Abb. 4: Haupteinflussfaktoren für den Oxidationsprozess im Bitumen [7]

2.6 Alterungsstufen

Grundsätzlich können Bitumen in drei Alterungsstufen eingeteilt werden:

1. Ungealtert (unaged)

Beim ungealterten Bitumen handelt es sich um das Frischbitumen, welches im unbenutzten und gebrauchsbereiten Zustand aus der Raffinerie kommt.

2. Kurzzeitalterung „KZA“ (short-term-ageing „STA“)

Die Kurzzeitalterung beschreibt jene Alterungsprozesse, die durch eine Oxidation bei hohen Temperaturen (bis zu 180°C) während der Verarbeitung des Bitumens entstehen. Im Straßenbau wird der Bitumentransports zum Mischwerk, die Lagerung, Pumpvorgänge, das Mischen, der Abtransport zur Baustelle und der Mischguteinbau abgebildet.

3. Langzeitalterung „LZA“ (long-term-ageing „LTA“)

Die Langzeitalterung beschreibt jene Alterungsprozesse, die nach dem Einbau des Asphalts stattfinden und die während der Lebensdauer des Bitumens auftreten. [8]

Die Alterungsprozesse „KZA“ und „LZA“ sind in Abb.5 dargestellt. Zur Beurteilung der Alterung, wird der Alterungsindex verwendet, welcher sich aus dem Verhältnis der Viskosität des gealterten Bitumens und der Viskosität des nicht gealterten Bitumens zusammensetzt. [9]

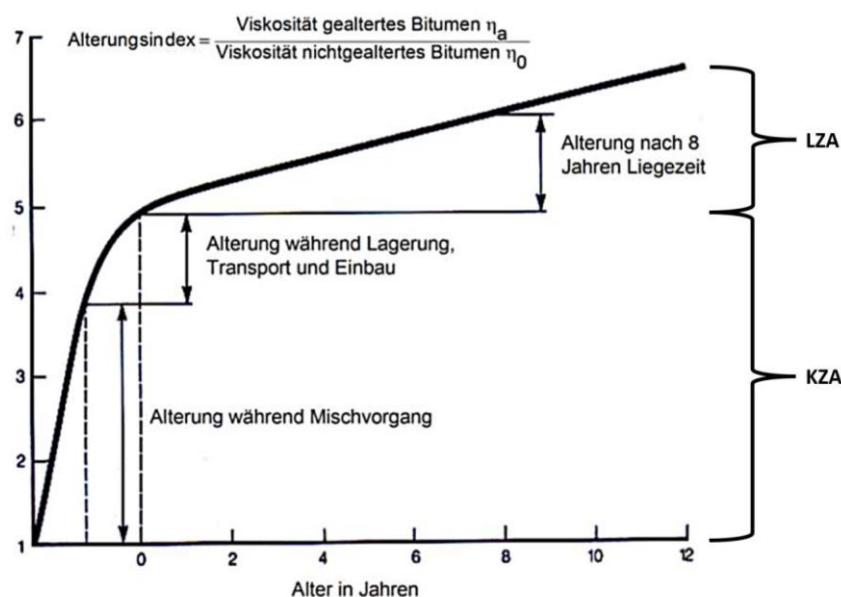


Abb.5: Alterungsindex während Kurz- und Langzeitalterung [9]

2.7 Alterungsmethoden

Die Kurz- und Langzeitalterung können mithilfe unterschiedlicher Alterungsmethoden und Verfahren im Labor simuliert werden. Durch die zeitraffende Simulation der Bitumenalterung im Labor können Informationen gesammelt werden, wie sich die Eigenschaften von Bitumen unter Einwirkung von unterschiedlichen Bedingungen verändern. Die Ergebnisse dienen in weiterer Folge zur Feststellung der Eignung eines bestimmten Frischbitumens für ein geplantes Straßenbauprojekt. Es kommen mehrere Alterungsmethoden weltweit zum Einsatz. International sind die zwei unten angeführten Verfahren am gängigsten. [8]

2.7.1 Kurzzeitalterung – Rolling Thin Film Oven Test („RTFOT“)

Zur Feststellung der Kurzzeitalterung wird der sogenannte Rolling Thin Film Oven Test („RTFOT“) gemäß ÖNORM EN 12607-1 durchgeführt. Bei dieser Alterungsmethode werden die Bedingungen simuliert, die beim Mischen in der Mischanlage (120-185°C) herrschen. Es werden acht Glasbehälter mit je 35g Bitumen gefüllt und anschließend in einem vorgeheizten Ofen (163°C) mit ständigem Luftstrom gelagert. Durch die ständige Rotation eines Drehgestells im Ofen, verteilt sich das Bitumen und bekommt eine größere Oberfläche, die durch die Hitze und die Luft altert. Nach 75 Minuten ist der Versuch beendet und die Probe kann aus dem Ofen entnommen und homogenisiert werden. [4]

2.7.2 Langzeitalterung – Pressure Ageing Vessel („PAV“)

Die Simulation der Langzeitalterung wird durch das sogenannte Pressure Ageing Vessel Verfahren („PAV“) gemäß ÖNORM EN 14769 durchgeführt. Die Langzeitalterung im PAV soll einer realen Feldalterung von fünf bis zehn Jahren entsprechen. Im Vorfeld zur Langzeitalterung wird die Probe zunächst mit dem RTFOT kurzzeitgealtert. Das Bitumen wird daraufhin in einem geschlossenen Druckbehälter bei einer Temperatur von 100°C und einem Druck von 2,10 MPa gelagert. Nach 20 Stunden ist der Versuch beendet und die Probe kann aus dem Druckbehälter entnommen werden. [4]

2.8 Prüf- und Analyseverfahren

Es gibt eine Vielzahl an unterschiedlichen Prüf- und Analyseverfahren, welche sich mit der Bestimmung der chemischen und mechanischen Eigenschaften des Bitumens befassen. In diesem Kapitel werden jene Prüfverfahren näher erläutert, welche für die Durchführung der Versuche im Zuge der Diplomarbeit zur Anwendung kamen.

2.8.1 Dynamisches Scherrheometer „DSR“ (gem. ÖNROM EN 14770)

Mit dem dynamischen Scherrheometer (DSR) kann das viskoelastische Materialverhalten von Bitumen bei unterschiedlichen Temperatur- und Frequenzbereichen untersucht werden. Die Ergebnisse liefern Informationen hinsichtlich der Ermüdungsbeständigkeit, Verformung und Bearbeitbarkeit. Der Vorgang des Prüfverfahrens wird in Abb.6 dargestellt. Während der DSR Messung wird die bituminöse Probe zwischen zwei Stahlplatten montiert. Die untere Stahlplatte ist fixiert, die obere Platte kann oszillieren. Durch die oszillierende Scherspannung der oberen Platte, kommt es zu einer Verformung der Probe. Diese Deformation kann durch eine Sinuskurve beschrieben werden. [10]

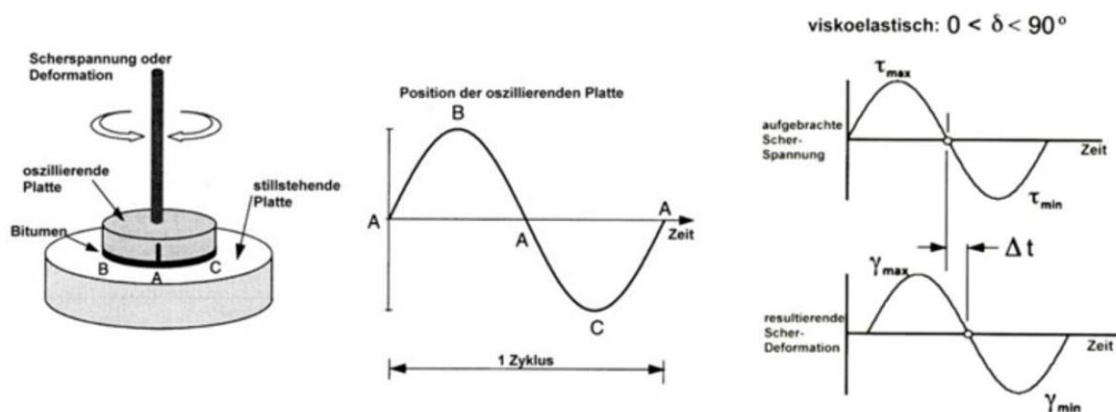


Abb.6: Schematische Darstellung vom DSR (links), Oszillationszyklus (mitte), viskoelastisches Verhalten (rechts) [10]

Die DSR Messung liefert zwei mechanische Parameter. Den komplexen Schubmodul $|G^*|$ [Pa], welcher als Quotient aus maximaler Spannung τ und maximaler Verformung γ unter sinusförmig oszillierender Belastung definiert ist. Beim zweiten Para-

meter handelt es sich um den Phasenwinkel δ [°], welcher als die Phasenverschiebung zwischen Spannung und Verformung definiert ist. [11]

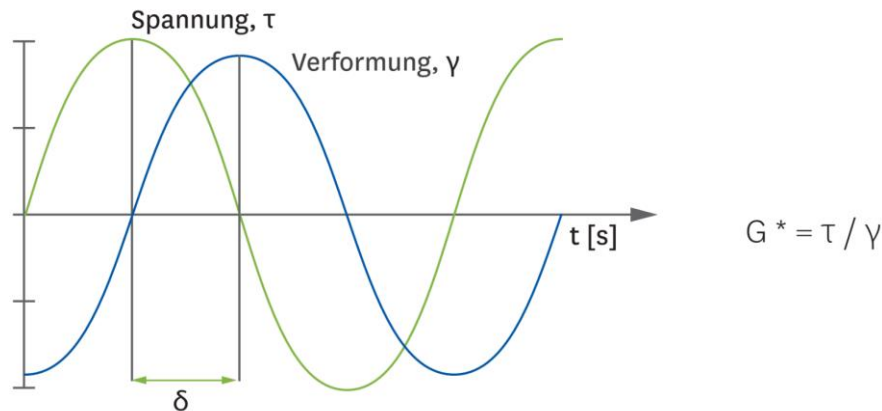


Abb.7: Darstellung der sinusförmigen Verläufe der Spannung τ und der Verformung γ bezogen auf die Zeit t [11]

Bei zunehmender Alterung kommt es zu einem Anstieg des dynamischen Schubmoduls $|G^*|$ (Steifigkeit). Der Phasenwinkel δ hingegen nimmt mit zunehmender Alterung ab. [10]

2.8.2 ATR-FTIR Spektroskopie

Der Alterungsprozess führt nicht nur zu einer Änderung der mechanischen Eigenschaften (Steifigkeit) des Bindemittels, sondern auch zu einer Änderung der chemischen Zusammensetzung. Aus diesem Grund ist es erforderlich die Alterung auch auf chemischer Basis näher zu untersuchen.

Die Fourier-Transformations-Infrarot (FTIR)-Spektroskopie ist die am weitesten verbreitete Untersuchungsmethode, die sich mit der Änderung der chemischen Zusammensetzung des Bindemittels befasst. Das Grundprinzip der Infrarotspektroskopie beruht auf der Wechselwirkung zwischen der elektromagnetischen Strahlung des infraroten Wellenlängenbereiches und den in der zu untersuchenden Probe vorkommenden Infrarot-aktiven Molekülen. Moleküle, welche von der Strahlung getroffen werden und diese teilweise absorbieren (wodurch sich ihr Dipol Momentum ändert), werden erregt und in Schwingung oder Rotation versetzt. Die nicht absorbierte Strahlung wird detektiert. Anhand der Intensität und der Wellenlänge der nicht absorbierten Strahlung kann eine Aussage über die vorhandenen Infrarot-aktiven Moleküle bzw. chemischen Verbindungen der Probe getroffen werden. Bei der Infrarotspektroskopie wird die Wellenzahl $\tilde{\nu}$, welche als Kehrwert der Wellenlänge λ definiert ist, zur

Beschreibung der Strahlung herangezogen. Sie wird in der Einheit cm^{-1} angegeben und entspricht somit der Anzahl der elektromagnetischen Wellen längs einer Strecke von einem Zentimeter. Die Wellenzahl steigt mit abnehmender Wellenlänge.

Die Versuche für diese Diplomarbeit wurden mithilfe eines Attenuated-total-reflection (ATR)-FTIR durchgeführt. Bei dieser Methode handelt es sich um eine Technik der abgeschwächten Totalreflexion. Die Probe wird vollflächig auf eine ATR-Einheit bestehend aus einem Diamantkristall aufgelegt und mit einem IR-Strahl, welcher unter einem bestimmten Winkel zur Probe gerichtet ist, bestrahlt. Die Intensität der reflektierten Strahlung wird gemessen und durch Fourier-Transformation ein IR-Spektrum erstellt. Das IR-Spektrum einer Bitumenprobe wird in Abb. 8 schematisch dargestellt. [12]

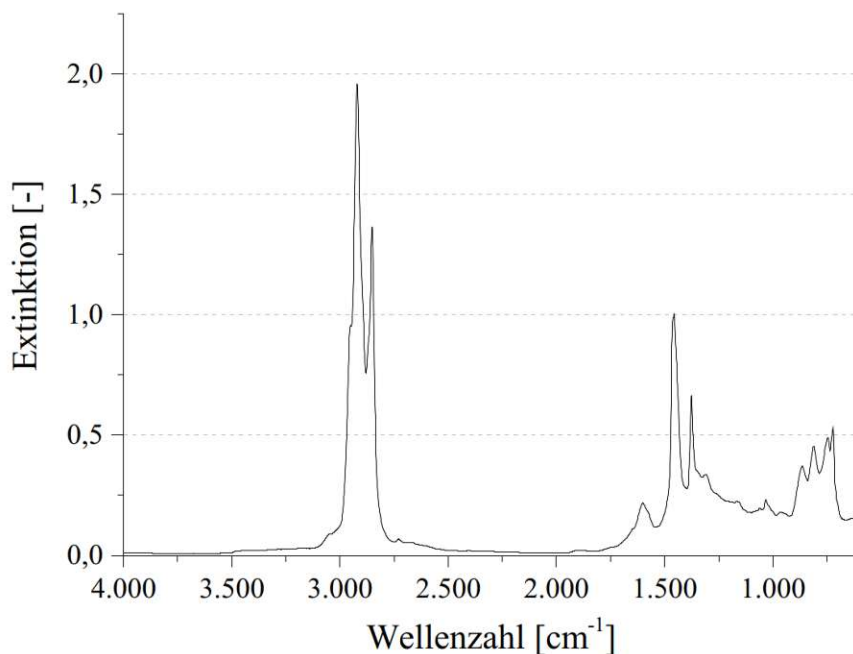


Abb. 8: IR-Spektrum einer Bitumenprobe [12]

Die Carbonylgruppe ($\nu_{\text{C=O}}$) in einem Wellenzahlbereich zwischen $1800\text{-}1660\text{cm}^{-1}$ und die Sulfoxidgruppe ($\nu_{\text{S=O}}$) in einem Wellenzahlbereich zwischen $1079\text{-}984\text{cm}^{-1}$ bilden die zwei Hauptgruppen, welche zur Bestimmung der Alterung bzw. Oxidation des Bindemittels herangezogen werden. Eine weitere wichtige Gruppe, bildet die aliphatische Gruppe ($\delta_{\text{as}} \text{CH}_3$) in einem Wellenzahlbereich zwischen $1525\text{-}1350\text{cm}^{-1}$. Mithilfe der gemessenen Werte in den drei Wellenzahlbereichen kann der Alterungsindex berechnet werden. Dieser Index ist ein direkter Indikator für die Alterung des Bitumens. Je größer der Wert ist, desto stärker ist die Probe gealtert. [10]

3 Theoretischer Hintergrund - Sonneneinstrahlung

3.1 Solare Einstrahlung

Die Strahlung der Sonne entspricht weitgehend dem Spektrum eines schwarzen Körpers mit einer Strahlungstemperatur von ca. 5700K. [13] Unter einem schwarzen Körper versteht man einen hypothetischen Körper, welcher als perfekter Absorber dient und kein Sonnenlicht reflektieren kann. Die auf die Erde einfallende Sonnenstrahlung wird absorbiert und überträgt die Energie in Form von elektromagnetischen Wellen in die Erdatmosphäre und an die Oberfläche. [14]

In Abb.9 wird ein typisches Sonnenspektrum oberhalb der Erdatmosphäre dargestellt. Die solare Einstrahlung wird als Kraft [W] pro Fläche [m^{-2}] pro Wellenlänge [nm^{-1}] gemessen. Der signifikante Spektralbereich liegt bei 300nm bis 3000nm. In diesem Bereich befindet sich etwa 96% der gesamten extraterrestrischen Sonnenstrahlung. Unter der extraterrestrischen Strahlung auch Solarkonstante S_c genannt, versteht man den außerhalb der Erdatmosphäre gemessenen Strahlungsstrom welcher 1367 W/m^2 beträgt. Die terrestrische Sonnenstrahlung beträgt 1000 W/m^2 und ist aufgrund der Absorption und der Streuung der im schiefen Winkel durchstrahlten Atmosphäre etwas geringer als die extraterrestrische Sonnenstrahlung. Das Maximum der Strahlung befindet sich im Wellenlängenbereich von 550nm. In diesem Bereich (grünes Licht) ist die spektrale Empfindlichkeit des menschlichen Auges am höchsten. Die Sonnenstrahlung wird von der Erdatmosphäre teilweise reflektiert bzw. absorbiert und kommt somit nicht vollständig an der Erdoberfläche an. Auf diese Thematik wird im nächsten Kapitel näher eingegangen. [15]

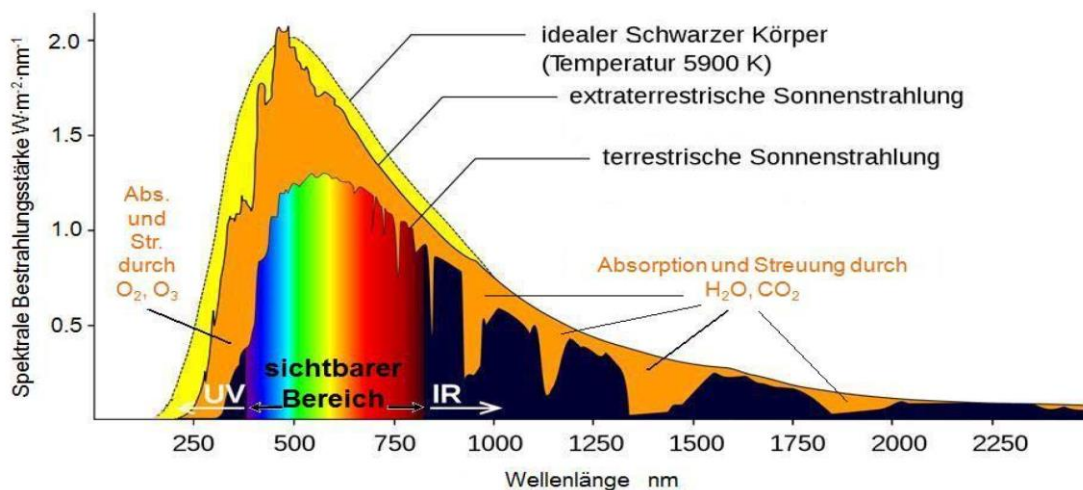


Abb.9: Intensität der Sonneneinstrahlung - Spektrum [15]

3.2 Globale Strahlungsbilanz - Atmosphäre

Wie bereits erwähnt absorbiert die Erde die einfallende Sonnenstrahlung teilweise und überträgt sie in Form von Energie in die Erdatmosphäre weiter. Damit die Erde eine konstante Oberflächentemperatur aufrechterhalten kann, sendet sie langwellige Strahlung wieder in die Atmosphäre zurück. Dieses Strahlungsgleichgewicht der Erde hat große Auswirkungen auf die Vorhersage des globalen Klimawandels. [14]

Nur etwa ein Viertel des von der Sonne kommenden Strahlungsstromes (S_c) gelangt an den Rand der Erdatmosphäre. Dies liegt daran, dass immer nur eine Hälfte der Erdkugel angestrahlt wird. Zudem trifft die Strahlung aufgrund der Abflachung der Erde nur am Äquator mit voller Intensität auf. Diese Strahlung, die den oberen Rand der Atmosphäre erreicht, wird mittlere solare Strahlung S_0 genannt.

$$S_0 = 340 \text{ W/m}^2$$

Die mittlere solare Strahlung wird durch teilweise Absorption in der Atmosphäre, Streuung an Luftmolekülen und der Streuung an Dunst und Wolken abgemindert. Das Gesamtückstreuungsvermögen der Erde (planetare Albedo) beträgt 29%. Unter einem Albedo versteht man das Rückstreuungsvermögen eines Körpers, bezogen auf die anfallende Strahlung. Von der anfallenden Sonnenstrahlung werden knapp 99 W/m^2 von der Erdatmosphäre reflektiert und gelangen so wieder zurück ins Weltall. [13]

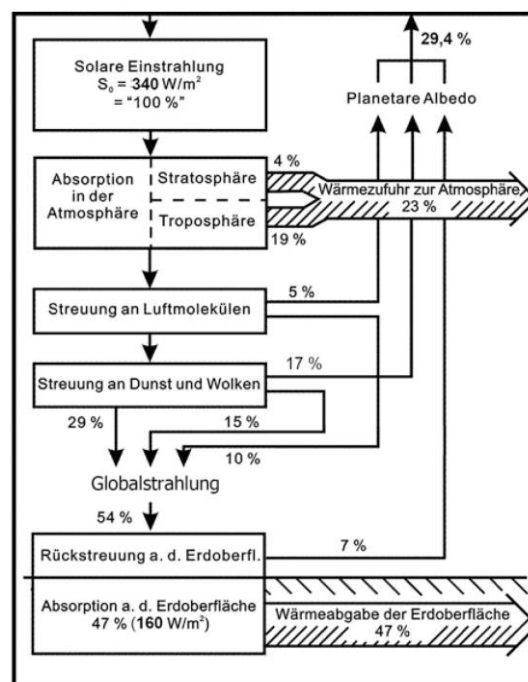


Abb.10: Globales Budget der solaren Strahlung im System Atmosphäre - Erdoberfläche [13]

Das Strahlungsgleichgewicht der Erde ist in Abb.10 dargestellt. Die Globalstrahlung bezeichnet die Summe der zur Erdoberfläche gelangenden Strahlung und beträgt im Mittel 54% (184 W/m^2) der mittleren solaren Strahlung S_0 . Rund die Hälfte der Sonnenstrahlung 47% (160 W/m^2) wird von der Erdoberfläche absorbiert und erwärmt diese. [13]

Die Globalstrahlung setzt sich aus der restlichen direkten Sonnenstrahlung und der durch die Luft und an Wolken hingestreuerten diffusen Strahlung zusammen. Die diffuse Strahlung nimmt dementsprechend bei zunehmender Bewölkung ab und kann bis zum Doppelten Wert bei wolkenlosem Himmel ansteigen. Somit ist die Höhe der Globalstrahlung von der Jahreszeit und geographischen Lage auf der Erde abhängig. Abb.11 bildet die geographische Verteilung der Globalstrahlung für die Monate Juni und Dezember ab. Der zeitlich und räumlich gemittelte Wert der Globalstrahlung liegt zwischen $180\text{-}190 \text{ W/m}^2$. Gebiete, wie die östliche Sahara, die Wüstengebiete des Nahen Ostens, die Wüstengebiete an der Westküste von Südamerika und Australien, weisen in den Sommermonaten aufgrund des hohen Sonnenstandes und der sehr geringen Bewölkung eine mittlere Globalstrahlung von $300\text{-}350 \text{ W/m}^2$ auf. [13]

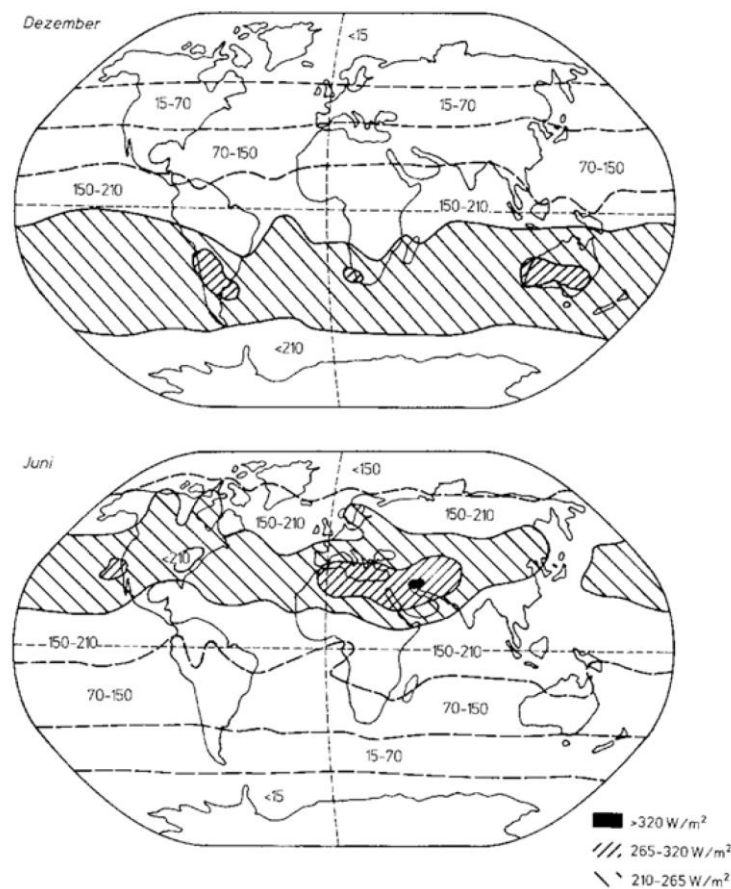


Abb.11: Monatsmittel der Globalstrahlung für Dezember und Juni (W/m^2) [13]

3.3 Elektromagnetisches Lichtspektrum

Das elektromagnetische Strahlungsspektrum ist in Abb.12 dargestellt und kann in folgende Wellenlängenbereiche unterteilt werden:

- UV-Strahlung (Ultraviolettstrahlung):

UV-C	$100\text{nm} < \lambda < 280\text{nm}$
UV-B	$280\text{nm} < \lambda < 320\text{nm}$
UV-A	$320\text{nm} < \lambda < 400\text{nm}$
- Sichtbares Licht (VIS): $400\text{nm} < \lambda < 780\text{nm}$
- IR-Strahlung (Infrarotstrahlung): $\lambda > 780\text{nm}$

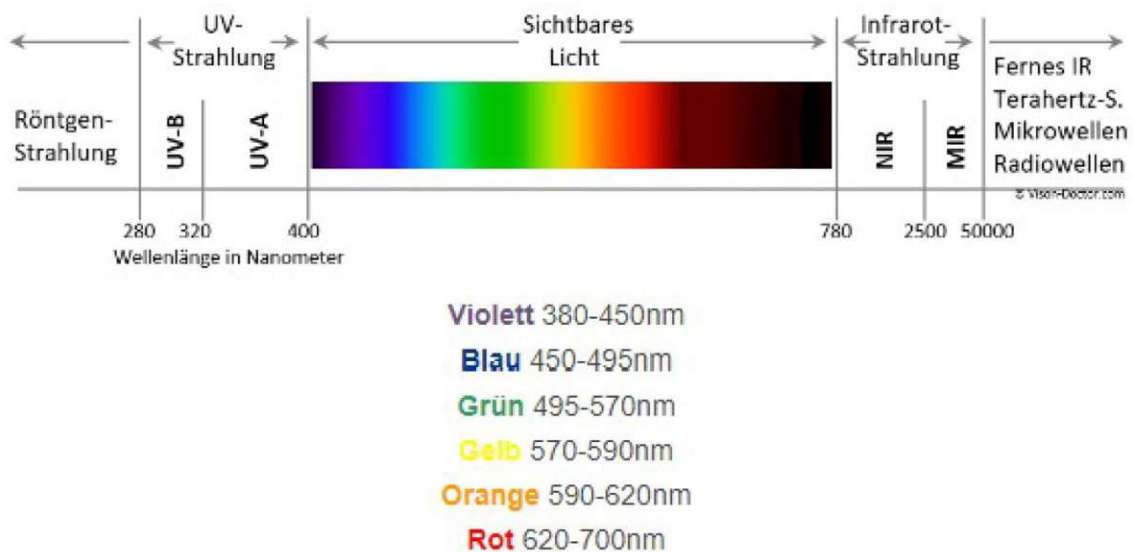


Abb.12: Elektromagnetisches Lichtspektrum [16]

Die UV-Strahlung ist für das menschliche Auge nicht sichtbar und gliedert sich in drei Gruppen UV-C ($100\text{nm} < \lambda < 280\text{nm}$), UV-B ($280\text{nm} < \lambda < 320\text{nm}$) und UV-A ($320\text{nm} < \lambda < 400\text{nm}$). Die UV-Strahlung ist aufgrund der kurzen Wellenlängenbereiche sehr energiereich. Generell kann gesagt werden je kürzer die Wellenlänge, umso größer ist die Foto-Energie und die gesundheitlichen Auswirkungen auf den Menschen. Die UV-Strahlung wird im Wesentlichen durch das Ozon in der Atmosphäre absorbiert. Diese Absorptionsfähigkeit der UV-Strahlung ist stark wellenabhängig. Die UV-C Strahlung, welche besonders energiereich und schädlich ist, wird von der Erdatmosphäre vollständig ausgefiltert und erreicht die Erdoberfläche nicht mehr. Die UV-B und UV-A Strahlen gelangen in geringer Konzentration an die Erdoberfläche. [15]

3.4 Spektrale Verteilung der Sonnenstrahlung

Neben der Änderung der Bestrahlungsstärke kommt es zudem noch zu einer Änderung der spektralen Verteilung des Sonnenlichtes beim Durchgang durch die Erdatmosphäre durch Absorption, Reflexion und Streuung. [15]

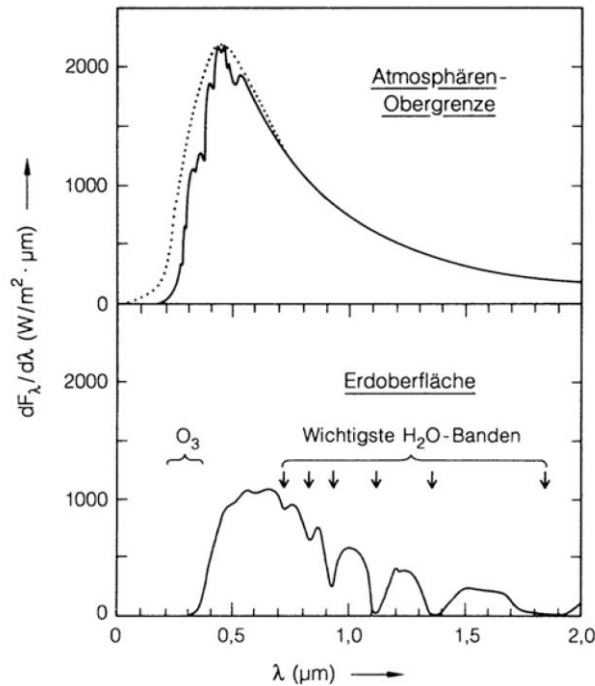


Abb.13: Spektrale Verteilung des Sonnenlichtes [13]

Wie man der Abb.13 entnehmen kann, wird das einfallende Sonnenlicht in selektiven Wellenlängenbereichen unterschiedlich stark abgeschwächt bzw. von der Atmosphäre reflektiert. Zum einen liegt das an der molekularen Absorption durch Ozon und Wasserdampf und zum anderen wird die Intensität über das gesamte Spektrum hinweg durch Streuung reduziert. [13]

Die prozentuale Zusammensetzung des Sonnenspektrums anhand der unterschiedlichen Wellenlängenbereichen bezogen auf die Gesamtbelastung wird in Tab.2 dargestellt.

Tab.2: Prozentuale Zusammensetzung des Sonnenspektrums anhand der Gesamtstrahlung [14]

UV- Strahlung [%] 280 < λ < 400nm	Sichtbares Licht [%] 280 < λ < 400nm	IR- Strahlung [%] λ > 780nm	Gesamtstrahlung [W/m²]
5	43	52	1367

Es ist ersichtlich, dass die für den Menschen schädliche UV-Strahlung fast komplett durch die oben angeführten Prozesse, welche in der Erdatmosphäre stattfinden, absorbiert wird und nur knapp 5% der Gesamtstrahlung ausmachen. Der sichtbare (VIS) Bereich und die IR-Strahlung bilden mit ihren 43% bzw. 52% den Großteil der Gesamtstrahlung an der Erdoberfläche. [14]

Die spektrale Bestrahlungsstärke in $[\text{Wm}^{-2}\text{nm}^{-1}]$ der einzelnen Wellenlängenbereiche ist in Tab.3 und Abb.14 angeführt. Das Maximum der Strahlung befindet sich wie bereits erwähnt im Bereich des sichtbaren Lichtes bei einer Wellenlänge von 550 bzw. 580nm.

Tab.3: Spektrale Bestrahlungsstärke in Bezug auf die Wellenlänge [17]

Wavelength [nm]	Spectral Irradiance at Wavelength $[\text{Wm}^{-2}\text{nm}^{-1}]$	Adjusted LED Intensity [%]	Ageing Duration [mins]
365	282.25	25.6	15.0
385	372.05	33.8	4.8
405	606.15	55.0	9.0
435	720.2	65.3	19.2
460	990.8	89.9	4.0
470	998	90.5	10.5
490	1005.1	91.2	13.2
500	1026.7	93.2	37.9
525	1048.2	95.1	49.3
550/580	1102.2	100.0	6.6
595	1040.425	94.4	40.1
635	1062.1	96.4	8.8
660	1053.95	95.6	5.1
740	971	88.1	11.3
770	830.7	75.4	19.8

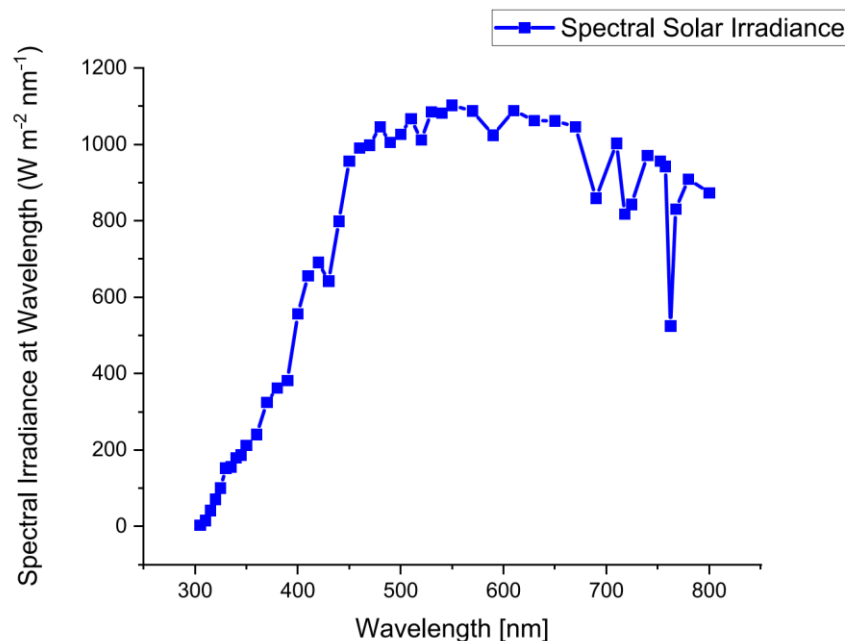


Abb.14: Spektrale Verteilung der Strahlung im Bereich zwischen 300 und 800 nm [17]

4 Versuchsaufbau und - durchführung

Im folgenden Kapitel werden die verwendeten Materialien, die Probenvorbereitung, die durchgeführten Kurz- und Langzeitalterungsversuche sowie die verwendeten Analysemethoden näher erklärt.

4.1 Verwendetes Bitumen

Sämtliche Versuche wurden mit einem nicht modifizierten Straßenbaubitumen B1158 der Penetrationsklasse 70/100 gemäß ÖNORM B 3610 durchgeführt.

4.2 Verwendete Lampen

4.2.1 Lucky Reptile Bright Sun UV Desert – 50W

Die Reptile SUN UV Lampe ist eine von zwei Lampen, welche für den Hauptversuch (siehe Kapitel 5) verwendet wurde. Es handelt sich hier um eine 50W Metalldampf- lampe, welche ein Tageslichtspektrum mit Leistungsspitzen bei 350nm, 430nm, 550nm und 600nm aufweist. Die spektrale Verteilung der Lampe ist der Abb.15 zu entnehmen.

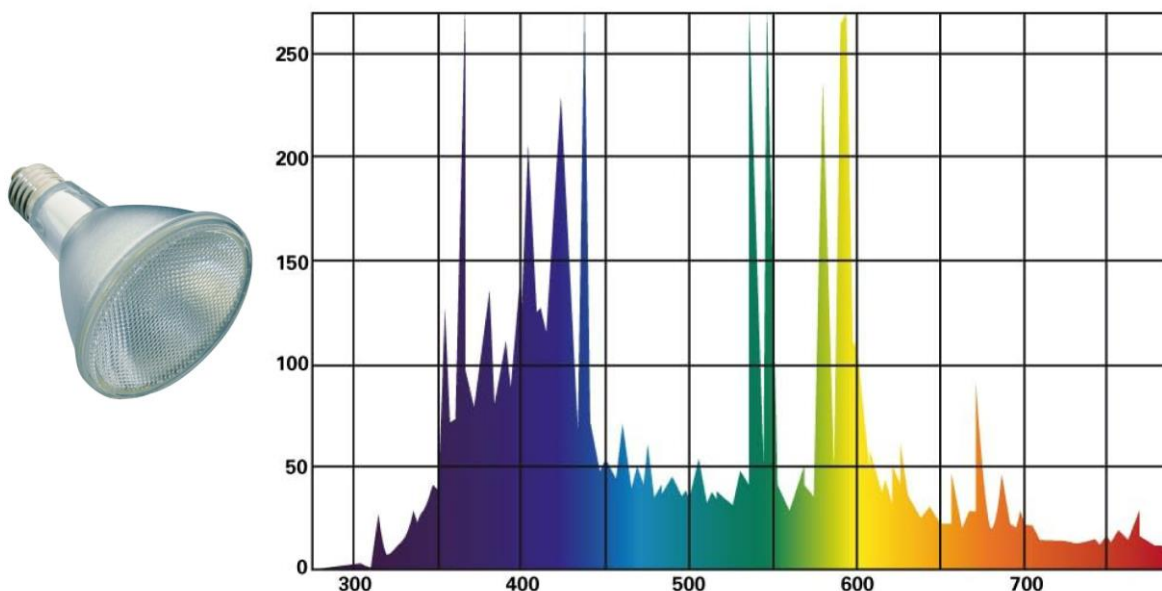


Abb.15: Reptile Bright Sun UV Desert Lampe (links) und ihr Lichtspektrum(rechts) [18]

Bei der Arbeitshöhe, welche für die Versuche mit 20cm festgelegt wurde, beträgt die Bestrahlungsleistung dieser Lampe gemäß Abb.16 $225 \mu\text{W}/\text{cm}^2 = 2,25 \text{ W}/\text{m}^2$ und

liegt deutlich unter der Globalstrahlung von 184 W/m^2 , welche auf die Erdoberfläche eintrifft.

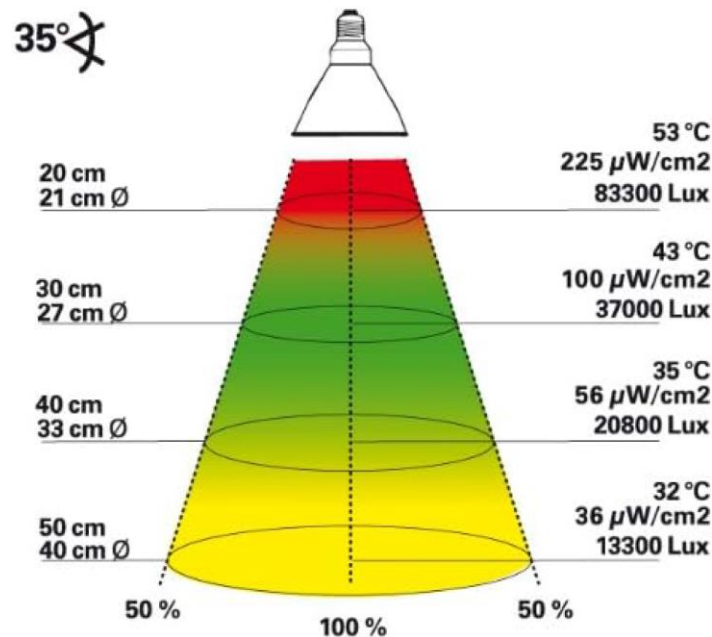


Abb. 16: Leistungsintensität bei unterschiedlichen Arbeitshöhen [18]

4.2.2 Thorlabs Lampen

Für die Durchführung der Versuche wurden drei high power LED-Lampen des Herstellers Thorlabs verwendet, die unterschiedliche Bestrahlungsspektren aufweisen. Die Thorlabs Solis 3C, welche als zweite Lampe für die Hauptversuchsreihe ihre Anwendung fand, deckt den Spektralbereich des sichtbaren Lichtes ab. Die Thorlabs 365C und 405C wurden zur Feststellung des Einflusses von niedrigwelligem Licht, also im Bereich der UV-Strahlung verwendet. Diese drei Lampen wurden für die Dauer dieser Versuche von dem Institut für Materialchemie der Technischen Universität Wien zur Verfügung gestellt. Die Lampen wurden im Vorfeld von den Mitarbeitern dieses Institutes im Zuge von anderen Versuchen kalibriert. Diese Kalibration wurde für die Lichtversuche dieser Diplomarbeit übernommen. Die Einstellungen aller drei Lampen wurden aus dem Grund der Vergleichbarkeit so gewählt, dass die Lichtintensität bei 20cm Arbeitshöhe $0,66 \text{ mW/mm}^2 = 660 \text{ W/m}^2$ beträgt. Diese Intensität ist fast das 3,6-fache der auf die Erdoberfläche wirkenden Globalstrahlung (184 W/m^2). Diese erhöhte Bestrahlungsstärke wurde gewählt, um den Alterungsprozess im Bindemittel zu beschleunigen. Die Lichtspektren dieser Lampen werden in den nachfolgenden Abbildungen dargestellt.

Thorlabs Solis 365C

Die Spitzenwellenlänge dieser Lampe beträgt 365nm.

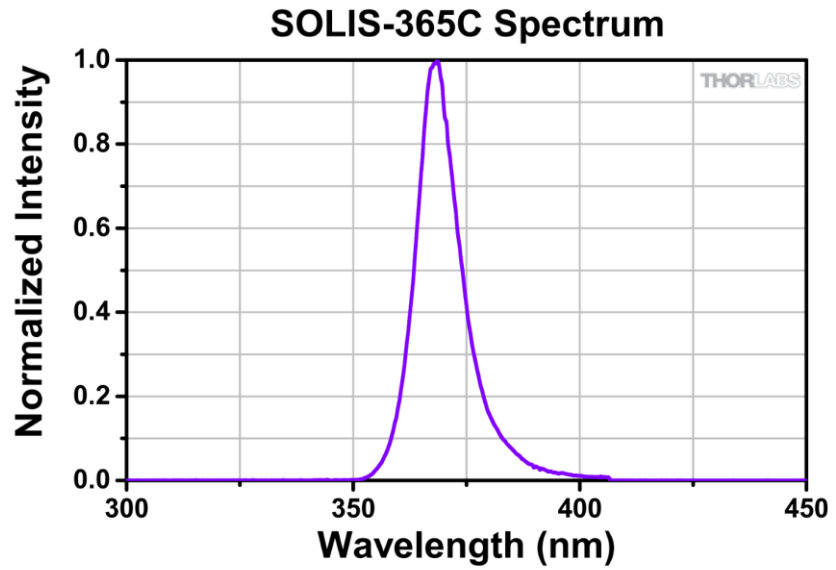


Abb.17: Thorlabs Solis 365C (links) und ihr Lichtspektrum (rechts) [19]

Thorlabs Solis 405C

Die Spitzenwellenlänge dieser Lampe beträgt 405nm.

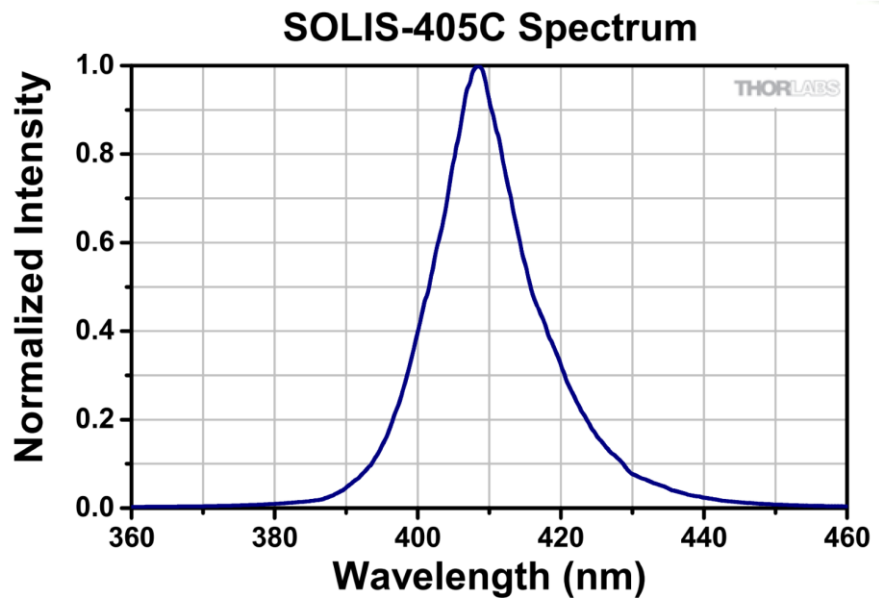


Abb.18: Thorlabs Solis 405C (links) und ihr Lichtspektrum (rechts) [20]

Thorlabs Solis 3C

Diese Tageslichtlampe deckt den Spektralbereich zwischen 450nm und 700nm ab.

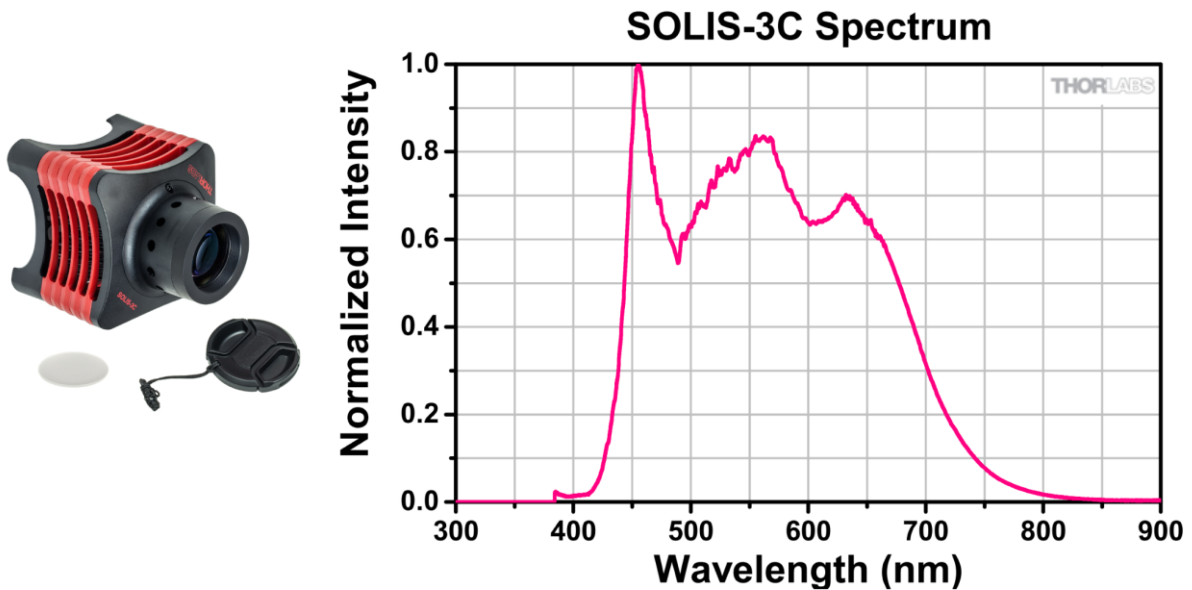


Abb.19: Thorlabs Solis 3C (links) und ihr Lichtspektrum (rechts) [21]

4.2.3 CoolLED pE-4000

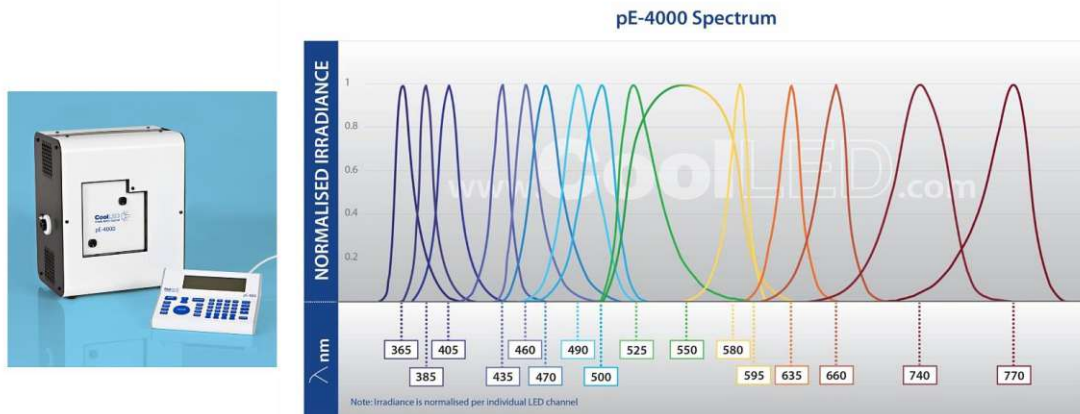


Abb.20: CoolLED pE-4000 System (links) und das Lichtspektrum der 16 LED(rechts) [22]

Das CoolLED pE-4000 System wird als universelles Beleuchtungssystem vor allem im Bereich der Fluoreszenzmikroskopie eingesetzt. Es verfügt über 16 wählbare LED-Wellenlängen, welche über vier Kanäle gesteuert werden können. Dieses System wurde für Versuche mit den Wellenlängen von 365nm und 405nm verwendet. Die Intensität der LED-Leuchten konnte bei der für die Versuchsdurchführung definierten Arbeitshöhe von 20cm nicht im Vorfeld getestet werden und ist somit nicht

bekannt. Die Bestrahlungsleistung der LED-Leuchten bezogen auf die einzelnen Wellenlängen ist in Tab. 4 angeführt. Die Versuche mit diesem Leuchtmittel wurden als Nebenversuche geführt und dienten als Zusatzvergleich zu den Thorlabs Lampen mit demselben Wellenlängenbereich. Die Beleuchtungsstärke wurde für beide LED-Lampen auf 100% gesetzt.

Tab. 4: Technische Daten / Leistung des CoolLED pE-4000 Systems [17]

Wavelength [nm]	FWHM [nm]	Power [mW]
365	12.91	33.65
385	10.65	107.88
405	16.09	55.53
435	13.38	26.26
460	17.61	127.17
470	22.9	48.02
790	25.55	38.38
500	24.72	13.32
525	28.32	10.24
550/580	84.47	77.67
595	14.27	12.58
635	17.05	57.4
660	21.42	96.94
740	40.84	44.48
770	28.08	25.53

4.3 Probenvorbereitung & Kurzzeitalterung

Wie bereits angeführt wurden sämtliche Versuche mit dem unmodifizierten Bitumen B1158 der Penetrationsklasse 70/100 durchgeführt. Die ungealterte Basisbitumenmenge wurde einheitlich für alle Proben mit 8g angesetzt.

Die abgewogenen Bitumenproben, welche in eine Mettalschale (Durchmesser 14cm) eingesetzt wurden, erfuhren anschließend eine Kurzzeitalterung. Für diese Kurzzeitalterung wurde der Ofen der Firma Binder des Typs FD 23 verwendet. Dieser Ofen wurde zunächst auf 163°C vorgeheizt. Nach Erreichen dieser Solltemperatur wurden die Bitumenproben in den Ofen eingesetzt. Die Dauer der Kurzzeitalterung betrug 75 Minuten. Diese Kurzzeitalterungsmethode entspricht nicht zur Vollständigkeit dem nach EN 12607-1 standardisierten RTFOT Verfahren. Der Grund für die abgeänderte Ausführung der Kurzzeitalterung ist, dass die Proben bewusst direkt in den Metallschalen gealtert wurden. Es wurde angestrebt einen ebenen Bitumenfilm der Alterung zuzuführen. Durch diese Vorgehensweise wird das RTFOT-Alterungsniveau erreicht. Für die weiterführenden Langzeitalterungsversuche mittels der im Kapitel 4.4 angeführten Lampen sollten die kurzzeitgealterten Proben unhomogenisiert dem Lichteinfluss ausgesetzt werden.



Abb.21: Probenvorbereitung (links) und Ofen für die Kurzzeitalterung (rechts)

4.4 Langzeitalterungsversuche

Für die Langzeitalterung unter Lichteinfluss wurden zwei Ansätze bzw. Alterungsvorgänge gewählt. Zunächst wurde die Alterung im Bitumen unter reiner Lichteinwirkung durch die Bestrahlung mit den im Kapitel 4.2 angeführten Lampen untersucht. Anschließend wurde die photooxidative Alterung in Kombination mit einer erhöhten Temperatureinwirkung in Form einer Heizplatte untersucht. Hierbei wurden die Bitumenfilme mittels Heizplatte erhitzt und zusätzlich von den Lampen bestrahlt. Neben den Lichtalterungsversuchen wurden zudem reine Temperaturalterungsversuche (ohne Lichteinstrahlung) durchgeführt, welche als wichtige Referenz für die temperaturinduzierten Alterungsvorgänge dienen. Somit konnten die Langzeitalterungsprozesse der kombinierten Lichtalterung von der reinen Temperaturalterung separat analysiert werden.

4.4.1 Langzeitalterung durch Lichteinfluss

Diese Versuchsreihe setzt sich aus folgenden vier Varianten zusammen:

- Rep.SUN-RT
- 3C-RT
- 365-RT
- 405-RT

Nach der Kurzzeitalterung wurden die Bitumenproben mit den angeführten Lampen bestrahlt. Die Lampen wurden auf einem Stativ in einem Abstand von 20cm zu den zu untersuchenden Proben befestigt. Der Versuchsaufbau ist der Abb.22 dargestellt.

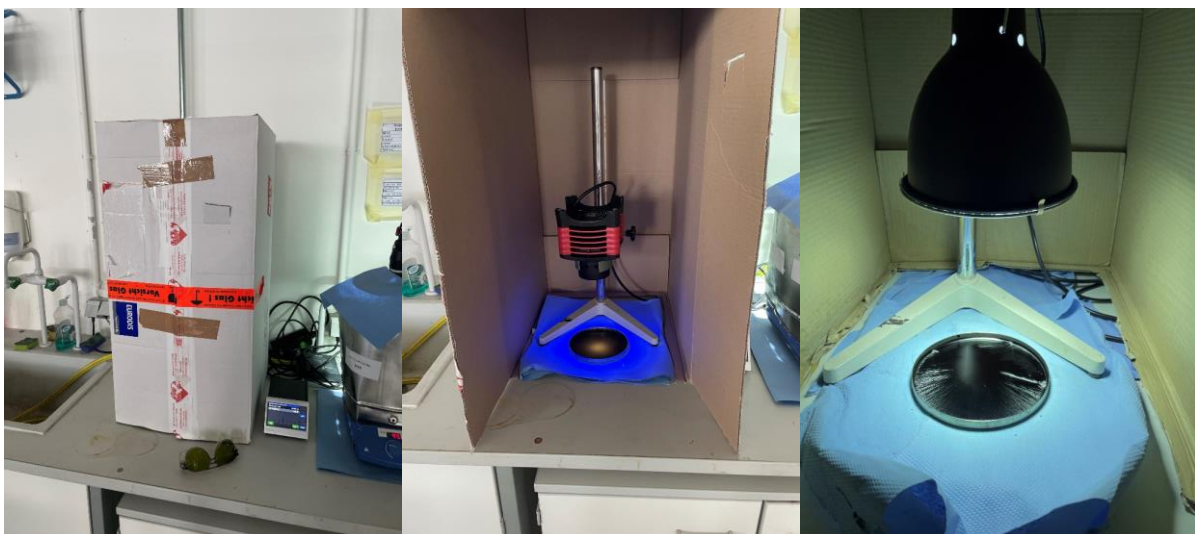


Abb.22: Versuchsaufbau Langzeitalterungsversuche unter Lichteinfluss

Der gesamte Versuchsaufbau wurde in eine Kartoneinhausung eingesetzt, um die Probe von äußeren Einflüssen wie Beleuchtung, Heizung, Lüftung, etc. so gut wie möglich abzuschotten. Somit sollte sichergestellt werden, dass die Alterung nur durch die Lichteinstrahlung der Lampen induziert wird. Die Dauer dieser Versuchsreihe betrug für alle Proben drei Tage. Nach Beendigung der Versuche wurden die Proben zwecks Homogenisierung wieder im Ofen bei 163°C erhitzt. Dieser Vorgang dauerte 10 Minuten. Die langzeitgealterten Proben wurden anschließend mit den im Kapitel 4.5 angeführten Analysemethoden untersucht.

4.4.2 Langzeitalterung durch Licht- und Temperatureinfluss

Diese Versuchsreihe setzt sich aus folgenden sechs Varianten zusammen:

- Rep.SUN–80°
- 3C-80°
- 365-80°
- 405-80°
- pE-365-80°
- pE-405-80°

Diese Langzeitalterungsversuche wurden als Kombination unter Licht- und Temperatureinfluss durchgeführt. Die kurzzeitgealterten Bitumenproben, wurden neben der Lichteinstrahlung durch die Lampen zusätzlich einer erhöhten Temperatureinwirkung an der Unterseite der Proben in Form einer Heizplatte ausgesetzt. Dieser Temperatureinfluss soll die realen Bedingungen an der Asphaltoberfläche, welche durch die Sonneneinstrahlung im Sommer stark erhitzt wird, simulieren. Hierzu wurde eine Heizplatte des Typs IKA C-MAG HS7 mit einem Heizstab des Typs IKA ETS-D5 verwendet, welche in Abb.23 abgebildet sind.

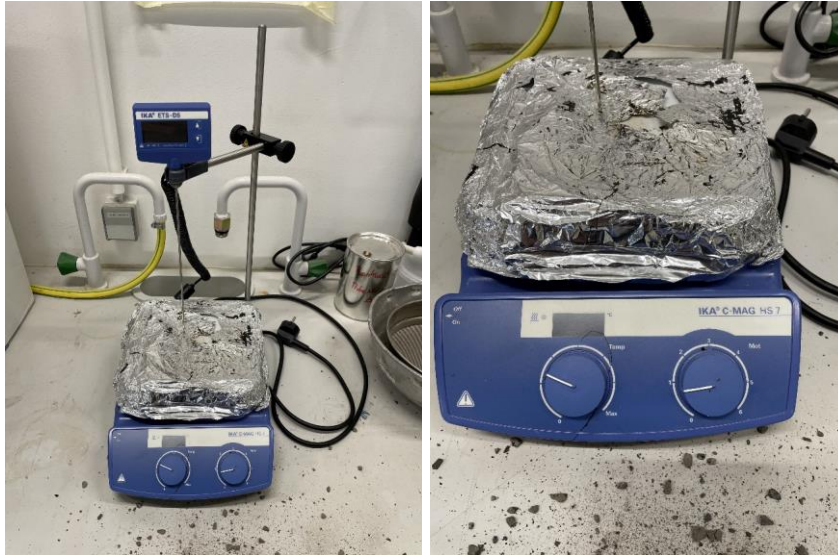


Abb.23: Heizplatte (IKA C-MAG HS7) und Heizstab (IKA ETS-D5)

Nach der Kurzzeitalterung wurde die Metallschale, in welcher sich die Bitumenprobe befindet auf die Heizplatte gestellt und mithilfe des Messstabes wurde die Solltemperatur im Bitumen eingestellt. Analog zu den bereits angeführten Alterungsversuchen unter Lichteinfluss wurden die Lampen wieder auf einem Stativ im selben Abstand von 20cm zu den untersuchenden Proben befestigt. Der gesamte Versuchsaufbau wurde erneut in die Kartoneinhausung gesetzt. Dieser Versuchsaufbau ist in Abb.24 dargestellt.

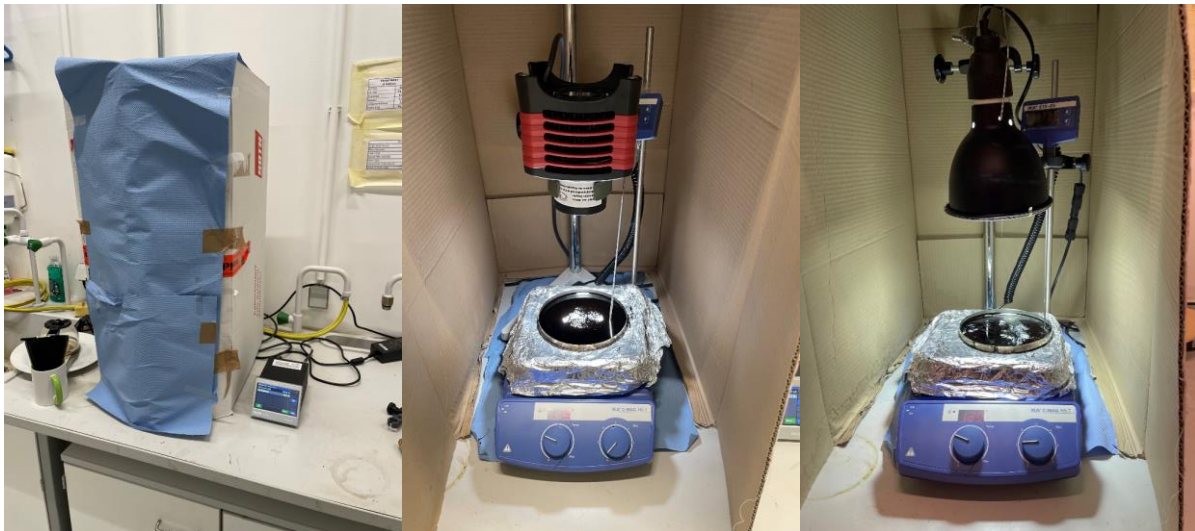


Abb.24: Versuchsaufbau Langzeitalterungsversuche unter Licht- und Temperatureinfluss

Zur Beschleunigung des Alterungsprozesses wurde die Solltemperatur der Bitumenproben für die Versuche mit 80°C angesetzt. Um diese zu erreichen, musste die Heizplatte auf eine Temperatur von 95°C gestellt werden, da die Metallschale als

Trennschicht zwischen Heizplatte und Bitumen fungierte und eine wärmeisolierende Funktion einnahm.

Es wurde versucht diese Temperatur über die gesamte Versuchsdauer von drei Tagen konstant zu halten. Hierfür war es wichtig die Bitumenprobe so gut wie möglich von den Außeneinflüssen zu isolieren, da die Temperatur in der Bitumenprobe stark von der Umgebungs- bzw. Raumtemperatur abhängig war. Wie man in Abb.24 (links) erkennen kann, wurde die Kartoneinhausung im Bereich der Öffnung zusätzlich von außen mittels mehrschichtigen Papiertüchern isoliert. In den Wintermonaten musste trotzdem die Temperatur der Heizplatte auf 115°C erhöht werden, um die geforderte Solltemperatur im Bitumen zu erreichen. Die Dauer dieser Versuchsreihe betrug ebenfalls für alle Proben drei Tage. Nach Beendigung der Versuche wurden die Proben zwecks Homogenisierung erneut im Ofen bei 163°C erhitzt. Dieser Vorgang dauerte 10 Minuten. Die langzeitgealterten Proben wurden anschließend mit den im nächsten Kapitel angeführten Analysemethoden untersucht.

4.5 Analysemethoden

Im folgenden Kapitel werden die Prüf- und Analyseverfahren, welche im Rahmen dieser Diplomarbeit durchgeführt wurden, beschrieben. Die stattgefundenen Alterungsprozesse in den Bitumenproben wurden auf chemischer Seite mittels ATR-FTIR und auf mechanischer Seite mittels DSR untersucht und analysiert.

4.5.1 ATR-FTIR

Eine ATR-FTIR-Messung setzt eine entsprechende Probenvorbereitung voraus. Die Handhabung der Bitumenproben für diese Messvorbereitung wird nun näher erläutert. Wie bereits im Kapitel 4.4 angeführt, wurden die Bitumenproben nach Abschluss der Langzeitalterungsversuche im Ofen erhitzt und anschließend in kleinere Behälter umgefüllt (siehe Abb.25).



Abb.25: Erhitzte Bitumenprobe im Ofen (links) und umgefüllte Bitumenprobe (rechts)

In weiterer Folge wurde das zu untersuchende Bindemittel vorsichtig über einem Heißluftgerät erwärmt und durch stetiges Umrühren homogenisiert. Nachdem die Homogenisierung abgeschlossen war, wurde mittels Löffel eine kleine Menge des Bitumens entnommen. Das Bitumen wurde wiederum über dem Heißluftgerät unter Verwendung eines Stabthermometers erneut erwärmt und durchgemischt. Sobald die Probe eine Temperatur von 140°C erreichte, wurden kleine Bitumentropfen mithilfe des Stabthermometers auf vier Silikonplättchen getropft. Um die Probetropfen vor zusätzlicher Lichtstrahlung zu schützen, wurden diese anschließend mit einem Blechdeckel abgedeckt (siehe Abb.26). Nun konnte die ATR-FTIR-Messung durchgeführt werden.

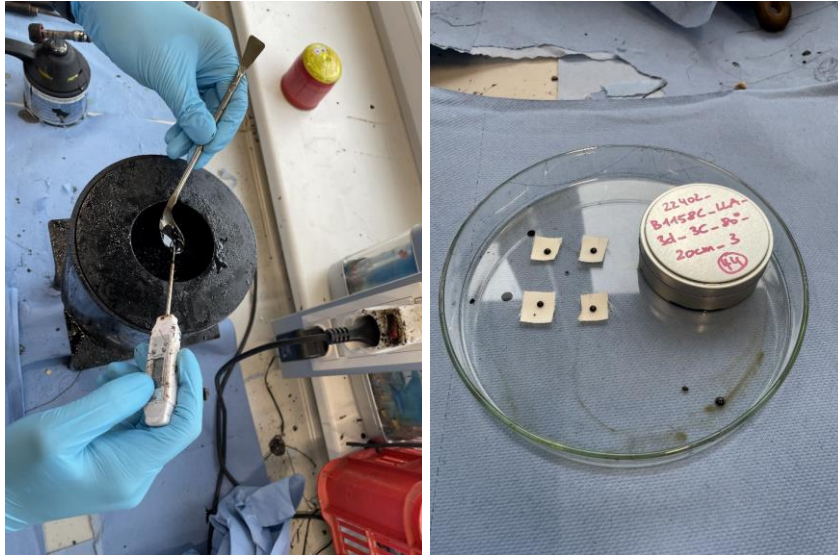


Abb.26: Biturvorbereitung für ATR-FTIR-Messung

Für die ATR-FTIR-Messungen wurde das Gerät Alpha II der Firma Bruker verwendet (siehe Abb.27). Um eine ausreichende Wiederholbarkeit gewährleisten zu können, wurden vier verschiedene Proben desselben Bitumens gemessen. Vor jeder Messung wurde ein Hintergrundscan (ohne Bitumen) durchgeführt, um das Hintergrundspektrum des leeren, sauberen Kristalls zu messen. Anschließend wurden die Proben auf den Kristall gelegt und mittels einer Einspannvorrichtung fixiert (geringer Anpressdruck durch den Stempel, sodass die Probe vollkommen den Kristall benetzte). Die Messung erfolgte mit dem Softwareprogramm Bruker OPUS[®]. Nach Abschluss der Messung wurde die Probe vorsichtig entfernt, um Beschädigungen am Kristall zu verhindern. Die Messoberfläche bzw. der Kristall wurde daraufhin mit Limonen und Isopropanol gereinigt.

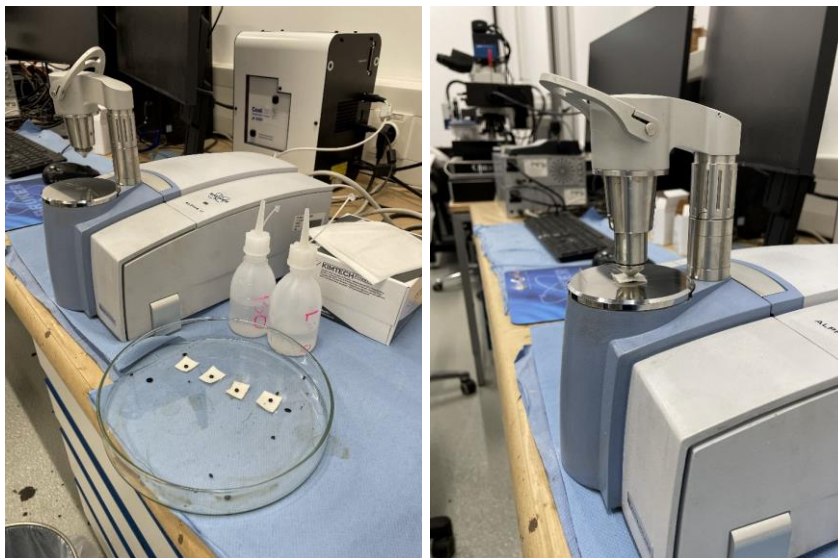


Abb.27: Bruker Alpha II (links) und Probe, während Messung (rechts)

Von jedem der vier Probetropfen wurden jeweils 24 Spektren im Wellenzahlbereich zwischen 680cm^{-1} und 4000cm^{-1} gemessen. Um diese Spektren vergleichbar zu machen, wurde im Bereich der aliphatischen Hauptbande, welche sich zwischen 2800cm^{-1} und 3200cm^{-1} befindet, eine Normalisierung durchgeführt.

Der Alterungsindex (AI_{FTIR}) konnte in weiterer Folge durch die Integration in der Carbonyl-Bande (AI_{CO} : $1800\text{-}1660\text{cm}^{-1}$), der Sulfoxid-Bande (AI_{SO} : $1079\text{-}984\text{cm}^{-1}$) und der aliphatischen Bande (AI_{CH_3} : $1525\text{-}1350\text{cm}^{-1}$) mit folgender Formel bestimmt werden:

$$AI_{FTIR} = \frac{AI_{CO} + AI_{SO}}{AI_{CH_3}}$$

Der Alterungsindex (Aging Index) AI_{FTIR} gibt an, wie stark das Bitumen gealtert ist. Je größer der Alterungsindex, desto stärker ist die Alterung des Bindemittels.

4.5.2 DSR

Zur Untersuchung der Änderungen der mechanischen Eigenschaften der Bitumenproben wurden DSR Messungen (nach EN 14770) mit dem Modular Compact Rheometer 302 der Firma Anton Paar durchgeführt (siehe Abb.28). Mithilfe dieses Prüfgerätes konnte der komplexe Schubmodul $|G^*|$ und der Phasenwinkel δ bestimmt werden. Für diese Diplomarbeit wurden die Werte für $|G^*|$ und δ zwischen den Temperaturbereichen von 40°C und 82° bei einer Frequenz von $1,592\text{ Hz}$ herangezogen.



Abb.28: Modular Compact Rheometer 302 der Firma Anton Paar

5 Versuchsprogramm

Im folgenden Kapitel wird das Versuchsprogramm, welches im Rahmen dieser Diplomarbeit aufgestellt wurde, erläutert und dient als übersichtliche Darstellung für eine bessere Nachvollziehbarkeit der Ergebnisse, welche im Kapitel 6 beschrieben werden. Das Versuchsprogramm umfasst einen Hauptversuch, welcher den Schwerpunkt dieser Arbeit bildet und zwei Nebenversuche. Das gesamte Versuchsprogramm ist in Tab.5 dargestellt. Im Vorfeld wurden zwei Referenzproben erstellt. Die erste Referenz bildet ein kurzzeitgealtertes Bitumen, welches in weiterem Verlauf keinem Temperatur- oder Lichteinfluss ausgesetzt wurde. Die zweite Referenz bildet ein langzeitgealtertes Bitumen, welches nur einem erhöhten Temperatureinfluss in Form einer Heizplatte ausgesetzt wurde.

Die Langzeit-Lichtalterungsversuche wurden wie im Kapitel 4.4 angeführt, einerseits als Einzelversuche unter reinem Lichteinfluss (Photooxidation) und andererseits als Kombinationsversuche mit erhöhter Temperatur durchgeführt. Die wichtigsten Parameter, welche für die Versuche angesetzt wurden, werden nochmals zusammenfassend aufgezählt.

- Bitumen B1158 – Penetrationsklasse 70/100
- Bitumenmenge 8g – Probendurchmesser 14cm
- Kurzzeitalterung im Ofen für 75min bei 163°C
- Langzeitalterung unter Lichteinfluss und Kombination aus Licht- und Temperatureinfluss
- Arbeitshöhe der Lampen: 20cm Abstand zur Bitumenprobe
- Temperatur Heizplatte: konstant gehalten bei 80°C
- Dauer der Langzeitalterung: drei Tage

5.1 Referenzproben

5.1.1 Referenzprobe 1: REF 70/100

Wie bereits erwähnt, wurde bei der Referenzprobe 1 (REF 70/100) nur die Kurzzeitalterung im Ofen durchgeführt. Sie wurde keinem Licht- und Temperatureinfluss ausgesetzt und hat keine Langzeitalterung erfahren. Durch den Vergleich dieser Probe mit den langzeitgealterten Bitumenproben, können die Auswirkungen und Veränderungen des Bindemittels zufolge Lichteinfluss besser dargestellt werden.

5.1.2 Referenzprobe 2: 80°-Ref

Diese Probe wurde neben der Kurzzeitalterung auch einer Langzeitalterung durch eine Temperatureinwirkung in Form einer Heizplatte an der Probenunterseite ausgesetzt. Die Alterung im Bindemittel zufolge reiner Temperatureinwirkung (ohne Lichteinstrahlung) wurde untersucht. Da die weiteren Versuche als Lichtalterungsversuche mit und ohne Temperatureinwirkung durchgeführt wurden, dient diese Probe als wichtige Referenz, um den Einfluss des Lichtes in Kombination mit der Hitzeeinwirkung vergleichen zu können. Der Versuchsaufbau für die Alterung durch den Temperatureinfluss wird im Kapitel 4.4.2 näher beschrieben.

Tab.5:Übersicht Versuchsprogramm

	Probenbezeichnung	KZA	LZA Lichteinfluss	LZA Temperatureinfluss
Referenzproben				
Referenzprobe 1	REF 70/100	ja	-	-
Referenzprobe 2	80°-Ref	ja	-	Heizplatte 80°

Hauptversuch				
Reptile SUN UV	Rep.SUN-RT	ja	sichtbares Licht	-
	Rep.SUN-80°	ja	sichtbares Licht	Heizplatte 80°
Thorlabs 3C	3C-RT	ja	sichtbares Licht	-
	3C-80°	ja	sichtbares Licht	Heizplatte 80°

Nebenversuch 1				
Thorlabs 365C	365-RT	ja	365nm	-
	365-80°	ja	365nm	Heizplatte 80°
Thorlabs 405C	405-RT	ja	405nm	-
	405-80°	ja	405nm	Heizplatte 80°
Thorlabs 3C	3C-RT	ja	sichtbares Licht	-
	3C-80°	ja	sichtbares Licht	Heizplatte 80°

Nebenversuch 2				
Thorlabs 365C	365-80°	ja	365nm	Heizplatte 80°
Thorlabs 405C	405-80°	ja	405nm	Heizplatte 80°
pE4000	pE-365-80°	ja	365nm	Heizplatte 80°
pE4000	pE-405-80°	ja	405nm	Heizplatte 80°

6 Ergebnisse und Diskussion

In diesem Kapitel werden die Ergebnisse des durchgeführten Versuchsprogramm dargestellt und interpretiert. Die ausgewerteten Versuchsproben der einzelnen Versuchsreihen werden in den dazugehörigen Kapiteln angeführt.

6.1 Hauptversuch

Im Hauptversuch wurde der Alterungsprozess des Bitumens untersucht, welcher durch Lampen im Spektrum des „sichtbare Lichtes“ hervorgerufen wird. Es wurden zwei unterschiedliche Lampen (Reptile SUN UV und Thorlabs 3C) verwendet und die Ergebnisse miteinander und den zwei Referenzproben verglichen. Diese zwei Lampen weisen wie einen deutlichen Unterscheid in ihrer Bestrahlungsstärke auf. Die Intensität der Reptile SUN UV Lampe ist mit $2,25 \text{ W/m}^2$ deutlich geringer, als die der Thorlabs 3C Lampe, welche eine Intensität von 660 W/m^2 aufweist (Faktor 1:300). Es wurde versucht den Einfluss der Sonnenstrahlung auf der Asphaltoberfläche realitätsnah nachzustellen. Einerseits durch die Bestrahlung im Spektrum des sichtbaren Lichts und andererseits durch den erhöhten Temperatureinfluss der Heizplatte, welche die durch die Sonneneinstrahlung erhitzte Asphaltoberfläche simulieren sollte. Somit konnte zwischen den Alterungsprozessen differenziert werden, welche nur durch die Lichteinstrahlung stattfinden und welche durch die Kombination mit erhöhten Temperaturen induziert werden. Nach erfolgter Lichtalterung wiesen alle Proben des Hauptversuches eine oxidierte Schicht an der Bitumenoberfläche auf, die auf eine stattgefundene Alterung hindeutet.

Die Fotodokumentation der langzeitgealterten Bitumenproben des Hauptversuches ist dem Anhang (siehe Seite 62 und 63) zu entnehmen.

Die Hauptversuchsreihe setzt sich aus folgenden Bitumenproben zusammen:

- Ref 70/100 Referenzprobe kurzzeitgealtertes Bitumen ohne Langzeitalterung
- 80°-Ref Referenzprobe für Temperatureinfluss bei 80°C
- Rep.SUN-RT Lichtalterung mit Reptile SUN UV (Abb. 47)
- Rep.SUN-80° Lichtalterung mit Reptile SUN UV in Kombination mit Temperatureinwirkung durch Heizplatte (Abb. 48)
- 3C-RT Lichtalterung mit Thorlabs 3C (Abb. 49)
- 3C-80° Lichtalterung mit Thorlabs 3C in Kombination mit Temperatureinwirkung durch Heizplatte (Abb. 50)

6.1.1 ATR-FTIR Spektren

Die FTIR Messungen liefern Auskunft über die Änderung der chemischen Zusammensetzung der Versuchsproben zufolge stattgefundenen Alterungsprozesse im Bitumen. Wie bereits angeführt bilden die Carbonylbanden ($C=O$, bei $1800-1660\text{cm}^{-1}$) und die Sulfoxidbanden ($S=O$, bei $1079-984\text{cm}^{-1}$) die zwei wichtigsten Parameter der FTIR-Spektren um Aussagen über den Alterungsgrad der Proben treffen zu können. In Abb. 29 ist das FTIR-Spektrum der Proben der Hauptversuchsreihe unter reiner Lichtalterung abgebildet. Es ist zu erkennen, dass die Spektren der Rep.SUN-RT und der 3C-RT Proben fast ident verlaufen. Im Vergleich zu der Referenzprobe Ref 70/100 weisen diese lichtgealterten Proben einen geringen Zuwachs, sowohl in der Carbonyl- als auch in der Sulfoxidbande auf. Somit kann festgestellt werden, dass die reine Lichteinstrahlung einen geringen Oxidationsprozess in den Bitumenproben ausgelöst hat.

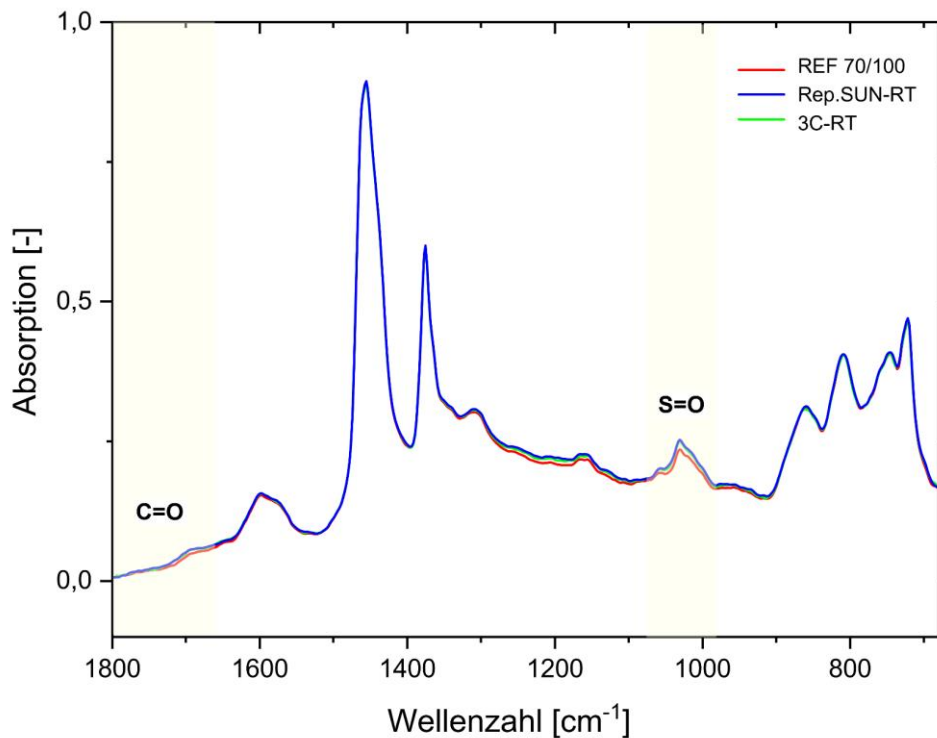


Abb. 29: FTIR-Spektrum Hauptversuchsreihe - Lichtalterung ohne Temperatureinwirkung

In Abb. 30 ist das FTIR-Spektrum der Proben unter Lichtalterung in Kombination mit der Temperatureinwirkung der Heizplatte dargestellt. Betrachtet man die Carbonylbande verlaufen beide Spektren der gealterten Proben Rep.SUN-80° und 3C-80° ident. Abweichungen sind jedoch bei der Sulfoxidbande zu beobachten. Die 3C-80° Probe weist einen höheren Zuwachs in dieser Bande auf.

Es ist auch deutlich erkennbar, dass die Lichtalterung in Kombination mit der Temperatureinwirkung zur Bildung einer größeren Menge an Carbonylen und Sulfoxiden im Vergleich zur reinen Lichtalterung (siehe Abb. 29) führt. Durch den Vergleich mit der Referenzprobe der Heizplatte 80°-Ref, kann festgestellt werden, dass dieser Zuwachs nicht allein auf die erhöhte Temperatureinwirkung zurückzuführen ist. Es kann jedoch festgestellt werden, dass der Lichtalterungsprozess in Kombination mit der Heizplatte zu einer deutlichen Verstärkung der Oxidation der Bitumenproben führt. Dies bedeutet, dass ein gewissen Synergismus zwischen Licht und temperaturinduzierter Alterung stattfinden muss. Zusätzlich ist zu erkennen, dass beide Lampen eine ähnliche Alterung induzieren, obwohl sie einen Leistungsunterschied von ca. 1:300 (Rep.SUN UV:Thorlabs 3C) aufweisen. Dies lässt darauf zurückschließen,

dass nur ein gewisses Maß an Photonen nötig ist, um diesen Oxidationssynergismus zu fördern. Weitere Zufuhr von Photoenergie führt nicht zu einem weiteren Anstieg in der Alterung. Weiters ist zu erkennen, dass bei der Kombination von Licht und Temperatur eine Bande bei 1750 cm^{-1} gebildet wird, was auf die Bildung von OH Gruppen (Alkohole, Ester, Anhydride oder Säuren) schließt. [23]

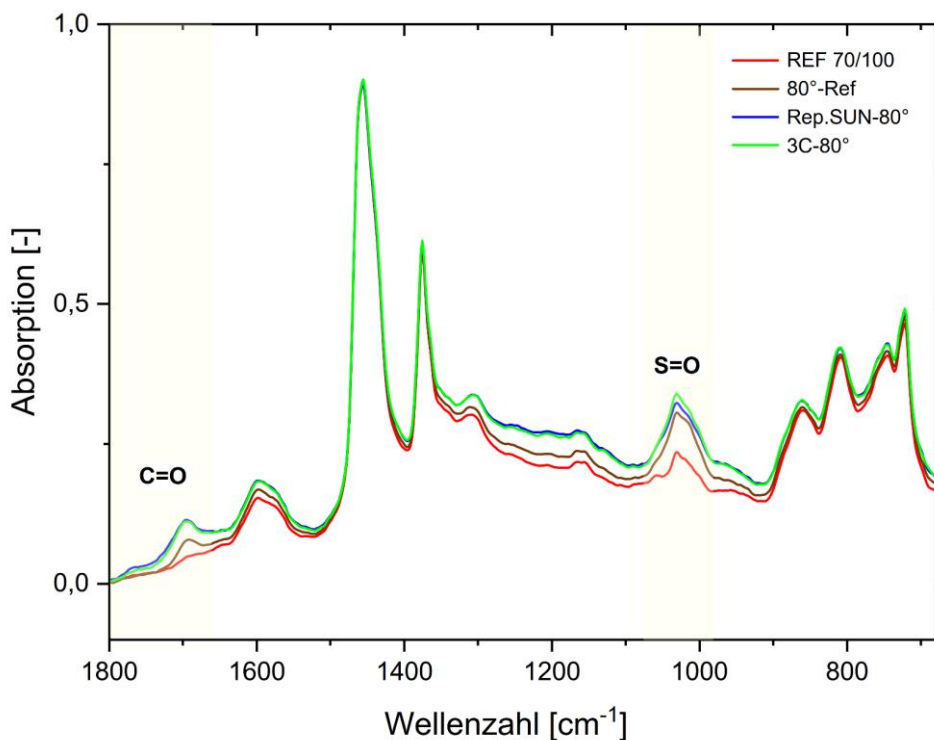


Abb. 30: FTIR-Spektrum Hauptversuchsreihe - Lichtalterung mit Temperatureinwirkung

6.1.2 Alterungsindex AI_{FTIR}

Die berechneten Alterungsindizes der Hauptversuchsreihe werden in Abb. 31 dargestellt.

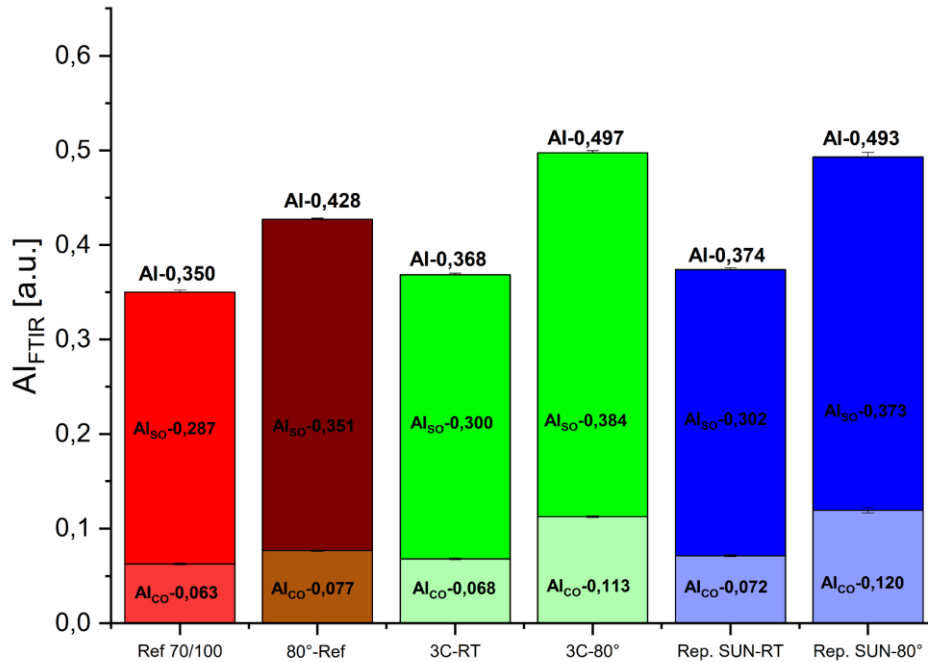


Abb. 31: Alterungsindizes AI_{FTIR} der Hauptversuchsreihe

Der Alterungsindex der kurzzeitgealterten Referenzprobe Ref 70/100 (ohne Licht- und Temperatureinfluss) beträgt 0,350. Die Referenzprobe 80°-Ref, welche einer reinen Temperatureinwirkung ausgesetzt wurde, weist einen Alterungsindex von 0,428 auf. Somit kann der Einfluss der Heizplatte mit einem Anstieg des Alterungsindex von 0,078 beziffert werden, wobei die Sulfoxidbande hier eine größere Änderung erfahren hat. Der Alterungsindex der rein lichtgealterten Proben 3C-RT und Rep.Sun-RT ist im Vergleich zu deren Referenzprobe Ref 70/100 nur um maximal 0,024 höher. Es ist ersichtlich, dass bei diesen Proben ein Alterungsprozess stattgefunden hat, jedoch dieser geringer ausgefallen ist, als bei den Proben, welche neben der Lichteinwirkung noch zusätzlich eine Temperatureinwirkung erfahren haben.

Wie man bereits an den FTIR-Spektren erkennen konnte, ist die Probe 3C-80° mit einem Alterungsindex von 0,497 am stärksten gealtert. Die zweitstärkste Alterung mit einem Alterungsindex von 0,493 weist die Probe Rep.SUN-80° auf. Es ist zu erkennen, dass diese beiden Proben im Vergleich zu den restlichen Proben, in der Carbonylbande den stärksten Zuwachs aufweisen. Vergleicht man den Alterungsindex AI_{CO} der maximal gealterten Proben mit der Referenzprobe (80°-Ref), erkennt man, dass dieser um 46% (3C-80°) bzw. 56% (Rep.SUN-80°) größer ist. Der Anstieg des

Alterungsindex A_{SO} in der Sulfoxidbande beträgt im Vergleich nur 9% (3C-80°) bzw. 6% (Rep.SUN-80°). Der stattgefundenen Alterungsprozess ist somit primär auf die Änderungen in der Carbonylbande zurückzuführen.

Beide Lampen dieser Versuchsreihe führen zu einer ähnlichen Alterungsstufe der Bitumen, sowohl unter reiner Lichteinwirkung als auch in Kombination mit einem Temperatureinfluss. Die Alterungsindizes dieser Proben unterscheiden sich nur minimal untereinander. Diese Tatsache ist interessant, da die Thorlabs 3C-Lampe eine deutlich höhere Bestrahlungsstärke aufweist. Zudem weist die Oberfläche der Bitumenprobe, welche mit der Reptile SUN UV Lampe bestrahlt wurden, eine deutlich stärkere Oxidationsschicht auf (siehe Seite A1 und A2).

Somit kann festgestellt werden, dass die unterschiedliche Einstrahlungsstärke (Faktor 1:300) der Lampen im Bereich des sichtbaren Lichtes keinen nennenswerten Unterschied auf die Alterung des Bindemittels hat.

6.1.3 DSR

Die Veränderung der mechanischen Parameter der Versuchsproben wurde mittels DSR untersucht. Bei der Auswertung wurden die lichtgealterten Proben mit einfach und mehrfach PAV gealterten Proben verglichen. Die Anzahl der PAV-Zyklen kann anhand der Benennung der Probe festgestellt werden. Die Bezeichnung einer dreifach gealterten PAV lautet L3PAV.

Wie man aus Abb. 32 und Abb. 33 entnehmen kann, weisen die lichtgealterten Bindemittel fast idente Verläufe ihrer komplexen Schubmodule $|G^*|$ und Phasenwinkel δ auf. Somit kann die Aussage getroffen werden, dass die Intensitätsstärke der Lampen keinen Einfluss auf die mechanische Alterung der Bindemittel hat. Diese Beobachtung korrespondiert auch mit den zuvor dargestellten Alterungsindizes dieser Proben.

Die komplexen Schubmodule und Phasenwinkelverschiebungen der rein lichtgealterten Proben 3C-RT und Rep.SUN-RT weisen im Vergleich zur Referenzprobe Ref 70/100 nur geringfügige Veränderungen auf. Beide Verläufe befinden sich deutlich unter dem Niveau der einfach PAV (LPAV) gealterten Probe. Die Proben 3C-80° und Rep.SUN-80°, weisen die höchste Steifigkeit und die niedrigste Phasenwinkelverschiebung auf. Wie man bereits feststellen konnte, haben diese Proben die größte Alterung erfahren. Deren komplexer Schubmodul befindet sich über dem Niveau der fünffach PAV gealterten Probe. Aus Abb. 33 und Abb. 34 kann weiters festgestellt werden, dass durch den zusätzlichen Einfluss der Temperatur die mechanischen Parameter deutlich stärker beeinflusst werden, als nur durch reinen Lichteinfluss. Die Kombination aus Licht und Hitze führt zu einem deutlich stärkeren Steifigkeitszuwachs des Bindemittels. Die Temperatureinwirkung verstärkt den Alterungsprozess, welcher durch das Licht induziert wird.

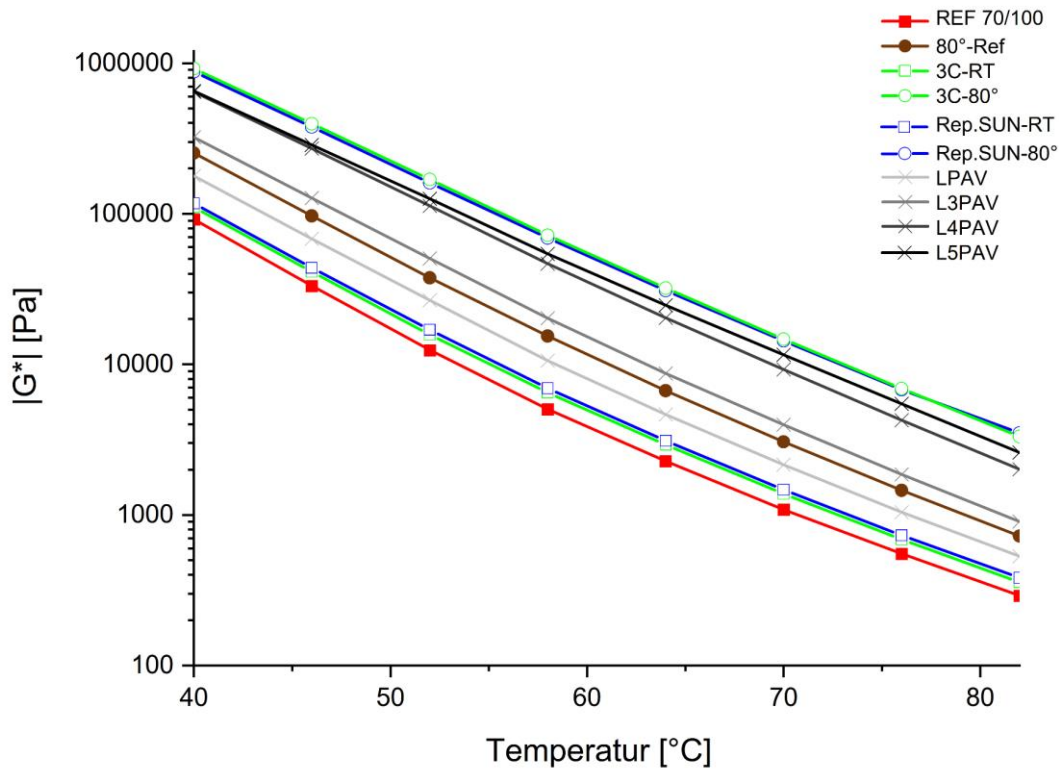


Abb. 32: Komplexer Schubmodul der Hauptversuchsreihe & ein- und mehrfachgealterten PAV Proben in Abhängigkeit der Temperatur

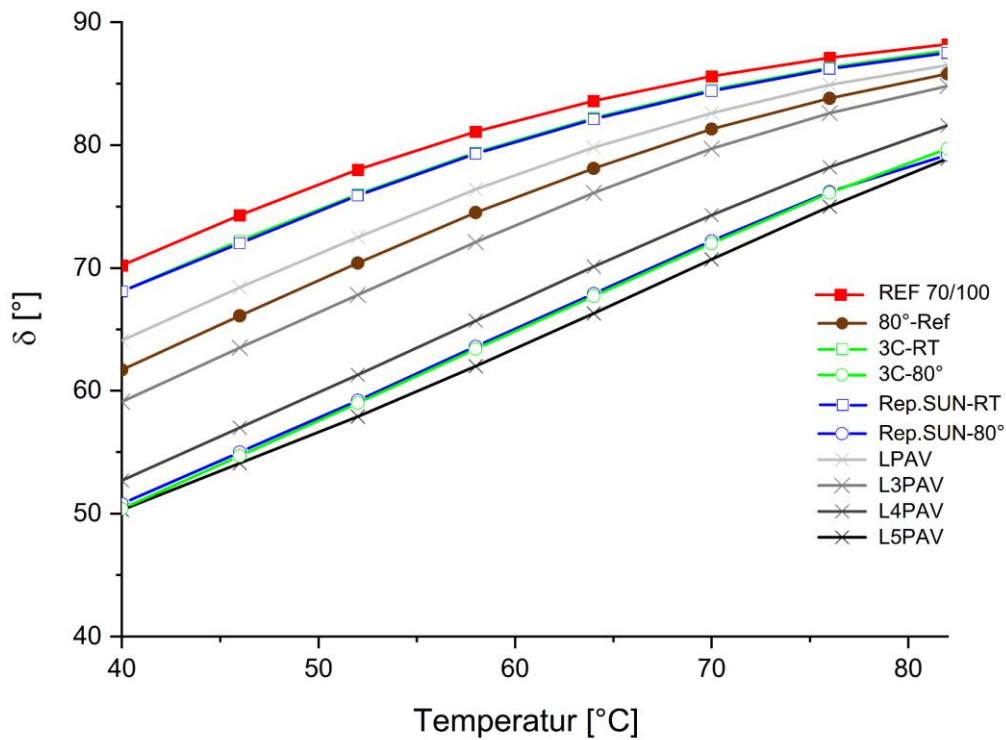


Abb. 33: Entwicklung des Phasenwinkels der Hauptversuchsreihe & ein- und mehrfachgealterten PAV Proben in Abhängigkeit der Temperatur

6.1.4 Chemisch-Mechanische Korrelation (CMC)

In Abb. 34 ist die chemisch-mechanische Korrelation der Hauptversuchsreihe und der einfach bzw. mehrfach PAV Proben dargestellt. Der Alterungsindex AI_{FTIR} wird dem komplexen Schubmodul $|G^*|$ gegenübergestellt. Sämtliche Bitumen der Hauptversuchsreihe weisen bei zunehmender Alterungsdauer eine höherer Steifigkeit auf. Die rein lichtgealterten Proben 3C-RT und Rep.SUN-RT weisen nur einen geringen Steifigkeitsanstieg im Vergleich zu der Referenzprobe Ref 70/100 auf. Der Steifigkeitsanstieg der Proben 3C-80° und Rep.SUN-80°, welche neben der Lichteinwirkung zusätzlich noch eine Temperatureinwirkung erfahren haben, ist im Vergleich zu ihrer Referenzprobe 80°-Ref deutlich stärker. Somit kann festgestellt werden, dass die induzierte Hitze zu einer Verstärkung des Lichteinflusses auf die Steifigkeit und in weiterer Folge auf die Alterung der Bindemittel führt.

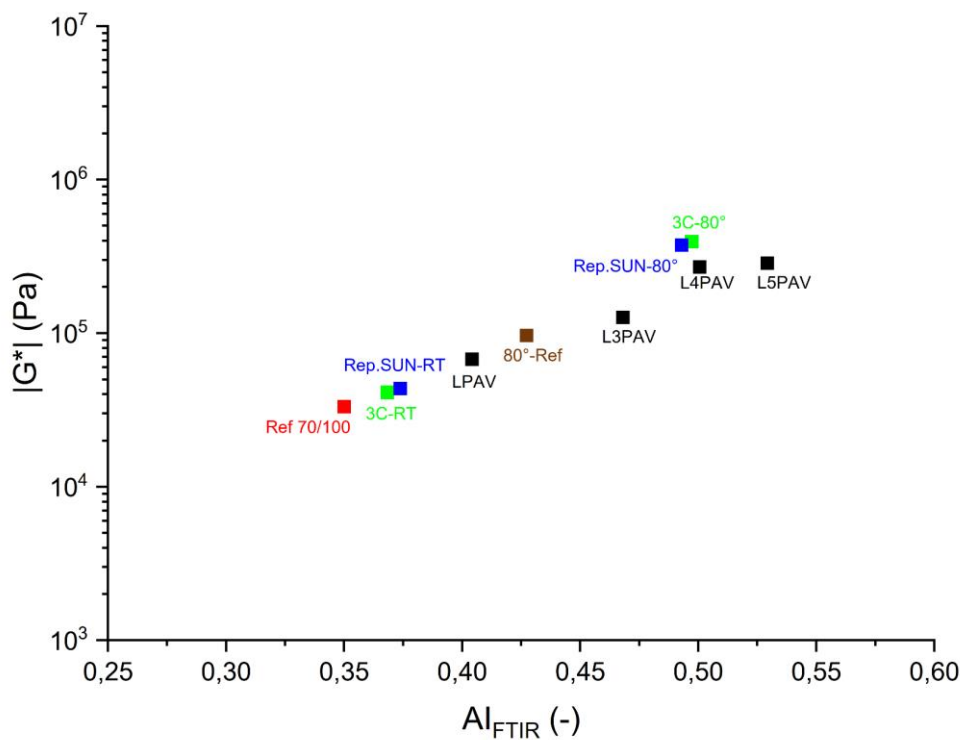


Abb. 34: Chemisch-mechanische Korrelation der Hauptversuchsreihe & ein- und mehrfachgealterten PAV Proben bezogen auf komplexes Schubmodul

6.2 Nebenversuch 1

Diese Versuchsreihe wurde mit den drei Thorlabs Lampen durchgeführt. Hier wurde die Lichtalterung neben dem Spektrum des sichtbaren Lichtes, zusätzlich noch im Wellenlängenbereich des UV-Lichtes 365nm und im sichtbaren Bereich bei 405nm untersucht. Die Intensität (660 W/m^2) aller drei Lampen wurde im Vorfeld zwecks Vergleichbarkeit gleichgestellt. Durch diese Versuchsreihe wurde die Auswirkung der Lichteinstrahlung in unterschiedlichen Wellenlängenbereichen auf die Alterung des Bindemittels untersucht. Nach erfolgter Lichtalterung wiesen alle Proben des Nebenversuches 1 eine oxidierte Schicht an der Bitumenoberfläche auf, die auf eine stattgefundenen Alterung hindeutet.

Die Fotodokumentation der langzeitgealterten Bitumenproben des Nebenversuches 1 ist dem Anhang (siehe Seite 63 bis 65) zu entnehmen.

Die Nebenversuchsreihe 1 setzt sich aus folgenden Bitumenproben zusammen:

- Ref 70/100 Referenzprobe kurzzeitgealtertes Bitumen ohne Langzeitalterung
- 80°-Ref Referenzprobe für Temperatureinfluss bei 80°C
- 365-RT Lichtalterung mit Thorlabs 365C (Abb. 51)
- 365-80° Lichtalterung mit Thorlabs 365C in Kombination mit Temperatureinwirkung durch Heizplatte (Abb. 52)
- 405-RT Lichtalterung mit Thorlabs 405C (Abb. 53)
- 405-80° Lichtalterung mit Thorlabs 405C in Kombination mit Temperatureinwirkung durch Heizplatte (Abb. 54)
- 3C-RT Lichtalterung mit Thorlabs 3C (Abb. 49)
- 3C-80° Lichtalterung mit Thorlabs 3C in Kombination mit Temperatureinwirkung durch Heizplatte (Abb. 50)

6.2.1 ATR-FTIR Spektren

Wie man der Abb. 35 entnehmen kann, weisen die drei lichtgealterten Proben kaum Unterschiede im Bereich der Carbonylbande auf. Geringfügige Abweichungen sind in der Sulfoxidbande ersichtlich. Die Proben 3C-RT und 405-RT zeigen eine stärkere Sulfoxidbande als 365-RT auf.

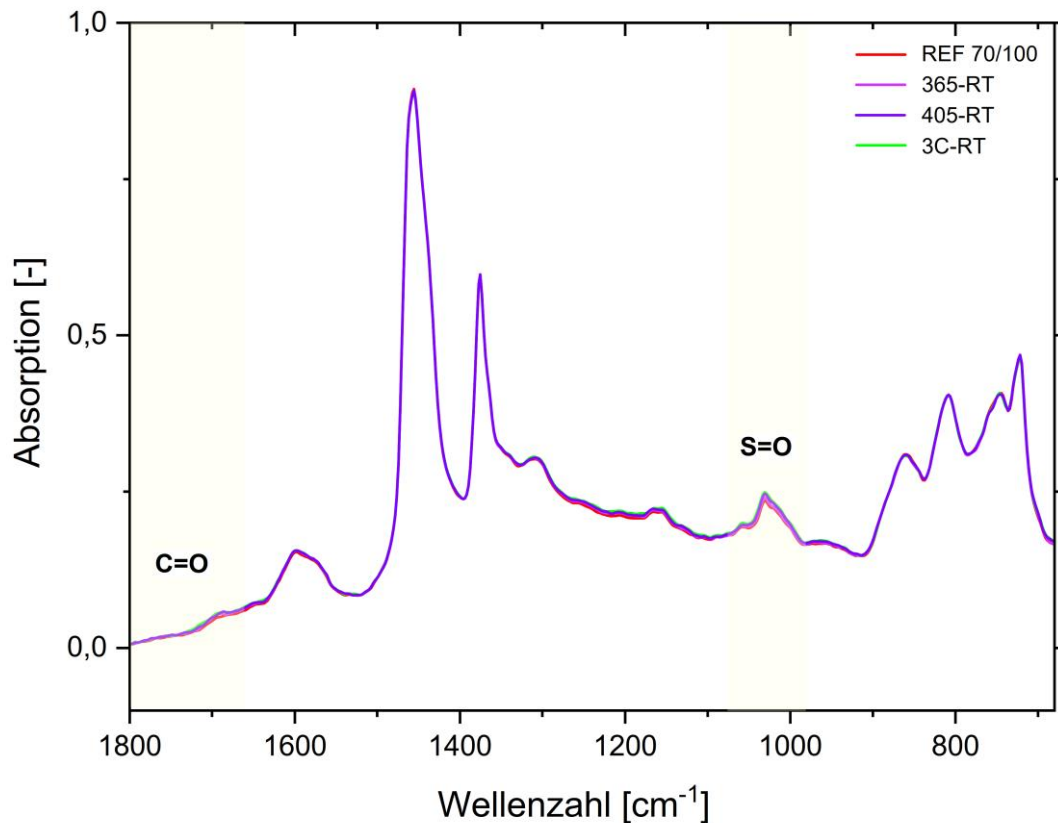


Abb. 35: FTIR-Spektrum Nebenversuchsreihe 1 - Lichtalterung ohne Temperatureinwirkung

Bei Betrachtung von Abb. 36 erkennt man unterschiedliche Spektralverläufe der getesteten Proben. Sowohl in der Carbonyl- als auch in der Sulfoxidbande weist die Probe 3C-80° den größten Zuwachs auf. Die Verläufe der 365-80° und 405-80° Proben sind bei der Carbonylbande ident. Geringe Abweichungen sind jedoch bei der Sulfoxidbande zu beobachten. Unabhängig von der Wellenlänge ist erneut die Bande bei 1750 cm^{-1} zu sehen, welche mit der OH Bande auf die Präsenz von Alkohole, Ester, Carbonsäure oder Anhydride rückschließen lässt. [23]

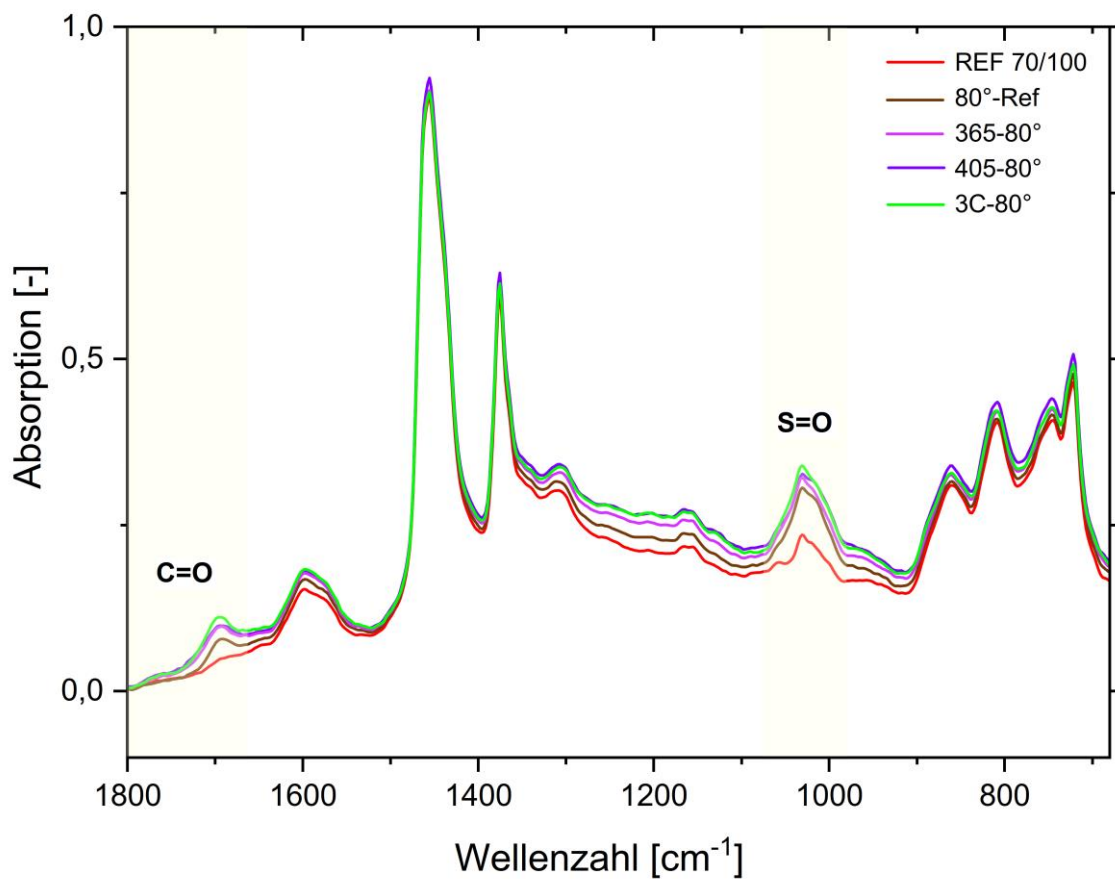


Abb. 36: FTIR-Spektrum Nebenversuchsreihe 1 - Lichtalterung mit Temperatureinwirkung

6.2.2 Alterungsindex AI_{FTIR}

Die berechneten Alterungsindizes der Nebenversuchsreihe 1 werden in Abb. 37 dargestellt. Betrachtet man die reine Lichtalterung, erkennt man, dass die Proben 3C-RT und 405-RT stärker gealtert sind, als die Probe 365-RT. Es ist jedoch ersichtlich, dass der Alterungsgrad dieser drei Proben im Vergleich zur Referenzprobe Ref 70/100 nur geringfügig höher ausgefallen ist.

Wie man bereits in der Hauptversuchsreihe sehen konnte, zeigen die Alterungsindizes der Proben, welche zusätzlich die Temperatureinwirkung erfahren haben, den größeren Anstieg auf. Die Probe 3C-80° ist mit einem Alterungsindex von 0,497 am stärksten gealtert. Die zweitstärkste Alterung mit einem Alterungsindex von 0,474 kann bei der Probe 405-80° festgestellt werden. Die Probe 365-80° ist mit einem Alterungsindex von 0,464 am geringsten gealtert. Analog zur Hauptversuchsreihe kann man feststellen, dass bei diesen Proben die Carbonylbande den stärksten Zuwachs aufweist. Unabhängig vom Wellenlängenbereich der Lampen kann der stattgefundenen Alterungsprozess primär auf diese Bande zurückgeführt werden.

Diese Versuchsreihe zeigt auf, dass die Wellenlänge des einstrahlenden Lichtes einen Einfluss auf die chemische Alterung des Bitumens hat. Das Bindemittel altert bei einem Lichteinfluss Bereich des Spektrums des sichtbaren Lichtes ($400\text{nm} < \lambda < 780\text{nm}$) stärker als im Wellenlängenbereich von 365nm und 405nm.

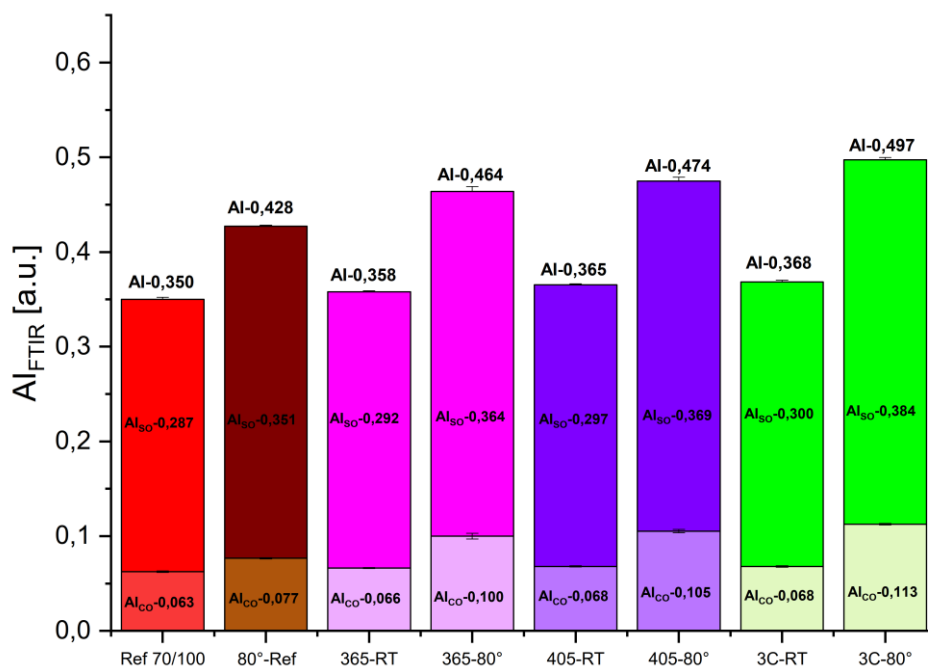


Abb. 37: Alterungsindizes AI_{FTIR} der Nebenversuchsreihe 1

6.2.3 DSR

In Abb. 38 ist der komplexe Schubmodul $|G^*|$ der Versuchsreihe 1 in Abhängigkeit der Temperatur dargestellt. Die Abb. 39 zeigt die Entwicklung des Phasenwinkels δ der Versuchsreihe 1 in Abhängigkeit der Temperatur.

Betrachtet man die Verläufe von $|G^*|$ und δ der drei Proben 365-RT, 405-RT und 3C-RT, erkennt man, dass 3C-RT den größten Schubmodul und die geringste Phasenwinkelverschiebung aufweist. Die Verläufe von 365-RT und 405-RT sind fast ident. Unter reiner Lichteinwirkung kann gesagt werden, dass das Spektrum des sichtbaren Lichtes den größten Einfluss auf die Änderung der mechanischen Parameter des Bindemittels hat. Im Vergleich zur Referenzprobe Ref 70/100 sind diese Veränderungen jedoch gering. Somit führen die chemischen und mechanischen Analysemethoden der rein lichtgealterten Proben zum selben Ergebnis.

Wenn man die Verläufe der drei Proben 365-80°, 405-80° und 3C-80° betrachtet, kann wieder festgestellt werden, dass die Probe 3C-80° den höchsten komplexen Schubmodul und die geringste Phasenwinkelverschiebung aufweist. Die Unterschiede der Verläufe dieser Proben zu ihrer Referenzprobe 80°-Ref sind deutlich stärker ausgeprägt, als bei den rein lichtgealterten Proben. Es kann zudem beobachtet werden, dass die Probe 365-80° im Vergleich zur Probe 405-80° eine größere Veränderung der mechanischen Parameter erfahren hat. Der Alterungsindex der Probe 365-80° gemäß Abb. 37 ist jedoch geringer als jener der Probe 405-80°. Somit kann festgestellt werden, dass der Einfluss des Lichtes bei den Wellenlängenbereichen 365nm und 405nm zu unterschiedlichen Auswirkungen im chemischen und mechanischem Alterungsprozess führt. Das Licht bei 365nm beeinflusst die mechanischen Parameter des Bindemittels stärker als das Licht bei 405nm. Umgekehrt werden die chemischen Parameter von Bitumen durch das Licht bei 405nm stärker beeinflusst als durch das Licht bei 365nm.

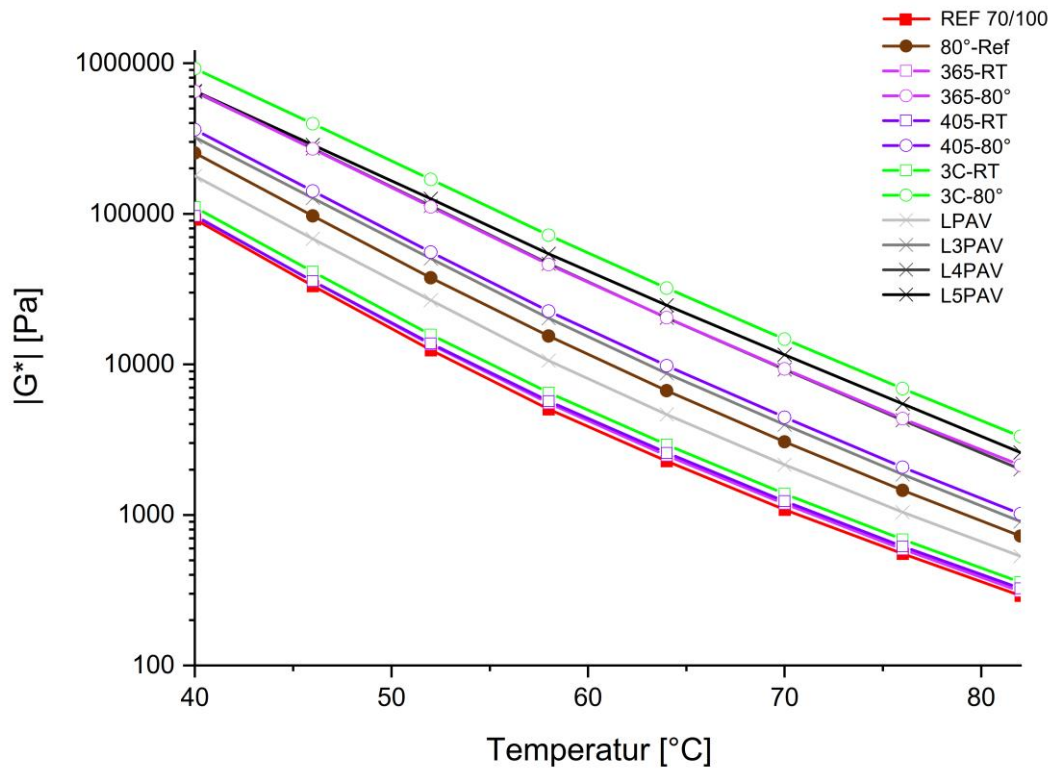


Abb. 38: Komplexer Schubmodul der Nebenversuchsreihe 1 & ein- und mehrfachgealterten PAV Proben in Abhängigkeit der Temperatur

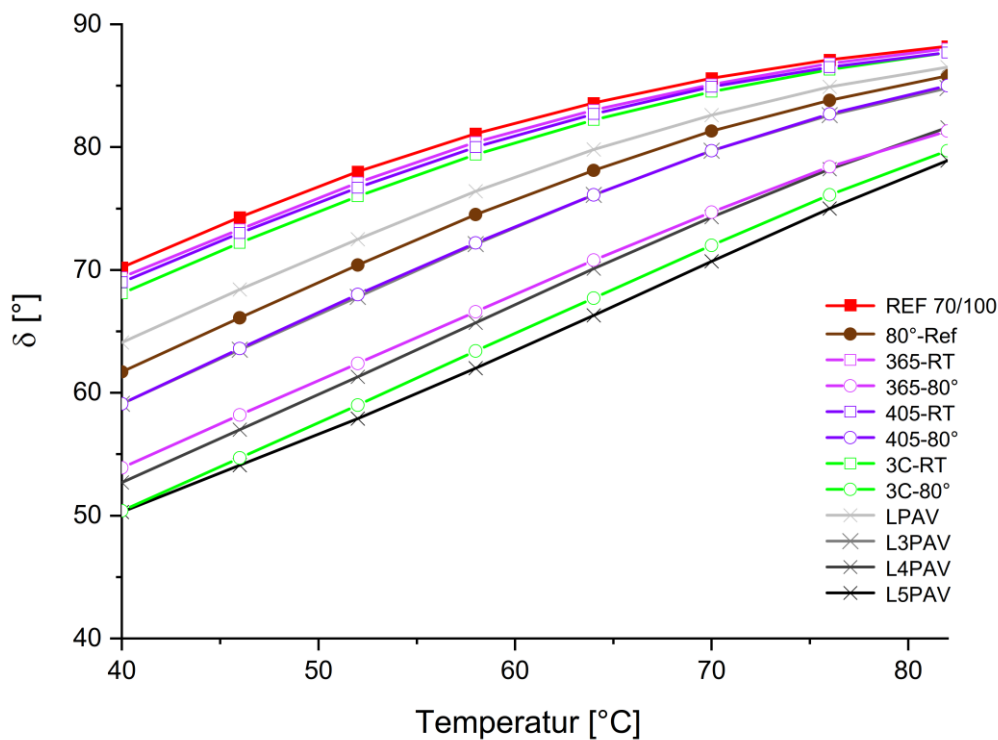


Abb. 39: Entwicklung des Phasenwinkels der Nebenversuchsreihe 1 & ein- und mehrfachgealterten PAV Proben in Abhängigkeit der Temperatur

6.2.4 Chemisch-Mechanische Korrelation (CMC)

In Abb. 40 ist die chemisch-mechanische Korrelation der Nebenversuchsreihe 1 und der einfach bzw. mehrfach PAV Proben dargestellt. Sämtliche Bitumen der Nebenversuchsreihe 1 weisen bei zunehmender Alterungsdauer eine höherer Steifigkeit, sowie durch Sauerstoff oxidierte funktionelle Gruppen (Carbonyle und Sulfoxide) auf. Die rein lichtgealterten Proben 365-RT, 405-RT und 3C-RT weisen nur einen geringen Alterungsanstieg im Vergleich zu der Referenzprobe Ref 70/100 auf. Der Alterungsanstieg der Proben 365-80°, 405-80° und 3C-80°, welche neben der Lichteinwirkung zusätzlich noch eine Temperatureinwirkung erfahren haben, ist im Vergleich zu ihrer Referenzprobe 80°-Ref deutlich stärker.

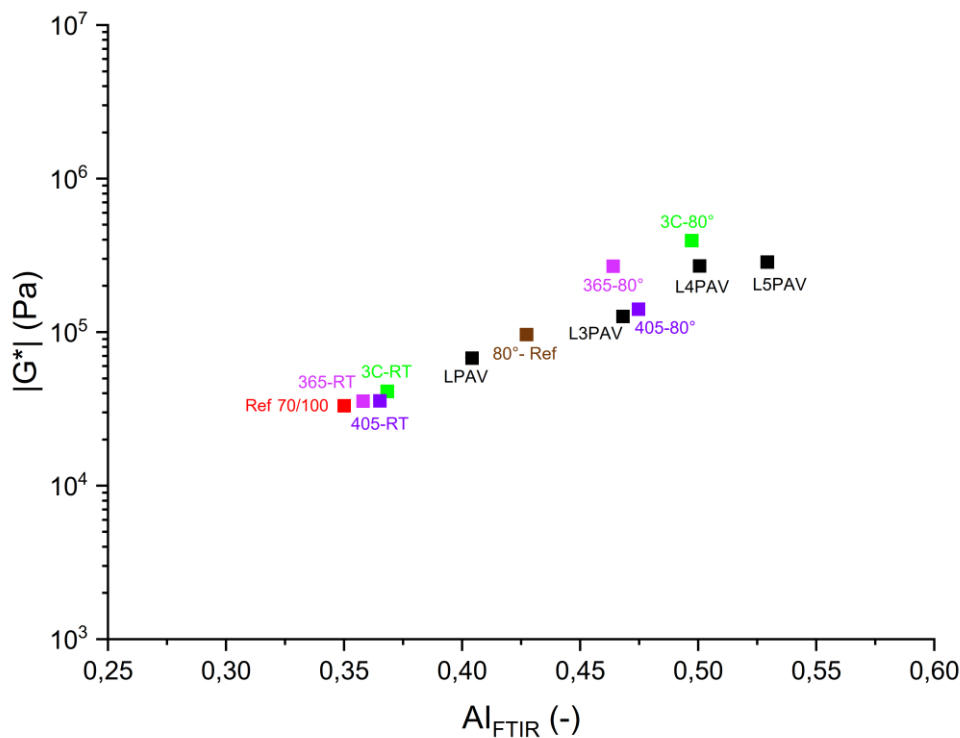


Abb. 40: Chemisch-mechanische Korrelation der Nebenversuchsreihe 1 & ein- und mehrfachgealterten PAV Proben bezogen auf komplexes Schubmodul

6.3 Nebenversuch 2

Die Versuche des Nebenversuches 2 wurden mit den Thorlabs 365C und 405C, sowie der pE4000 Lampe durchgeführt. Ziel war es die Auswirkungen des Lichtes auf die Bitumenalterung in den Wellenlängenbereichen 365nm und 405nm näher zu untersuchen. Entgegen dem Hauptversuch und dem Nebenversuch 1 wurde hier nur die Langzeitalterung zufolge der Kombination aus Licht und Temperatur analysiert.

Die Intensität der pE4000 Lampe bei der definierten Arbeitshöhe von 20cm konnte nicht getestet werden und ist somit nicht bekannt. Die Intensität der Thorlabs Lampen beträgt 660 W/m^2 . Wie man aus der Fotodokumentation im Anhang erkennen kann, bilden die Bitumenproben, welche mit den Thorlabs Lampen bestrahlt wurden (siehe Abb. 52 und Abb. 54) eine stark oxidierte Schicht an der Oberfläche. Die Proben, welche mit der pE4000 Lampe bestrahlt wurden (siehe Abb. 55 und Abb. 56), weisen an ihren Oberflächen keine Unterschiede auf, die auf eine Oxidation hindeuten könnten.

Die Fotodokumentation der langzeitgealterten Bitumenproben des Nebenversuches 2 ist dem Anhang (siehe Seite 64 bis 66) zu entnehmen.

Die Nebenversuchsreihe 2 setzt sich aus folgenden Bitumenproben zusammen:

- Ref 70/100 Referenzprobe kurzzeitgealtertes Bitumen ohne Langzeitalterung
- 80°-Ref Referenzprobe für Temperatureinfluss bei 80°C
- 365-80° Lichtalterung mit Thorlabs 365C in Kombination mit Temperatureinwirkung durch Heizplatte (Abb. 52)
- 405-80° Lichtalterung mit Thorlabs 405C in Kombination mit Temperatureinwirkung durch Heizplatte (Abb. 54)
- pE-365-80° Lichtalterung mit pE-4000 in Kombination mit Temperatureinwirkung durch Heizplatte (Abb. 55)
- pE-405-80° Lichtalterung mit pE-4000 in Kombination mit Temperatureinwirkung durch Heizplatte (Abb. 56)

6.3.1 ATR-FTIR Spektren

Abb. 41 zeigt das FTIR-Spektrum der Bitumenproben, welche mit den Lampen bei 365nm bestrahlt wurden. Die Sulfoxidbande der Probe pE-365-80° weist einen stärkeren Zuwachs als in der Probe 365-80° auf. Die Carbonylbande verläuft bei beiden Proben fast ident.

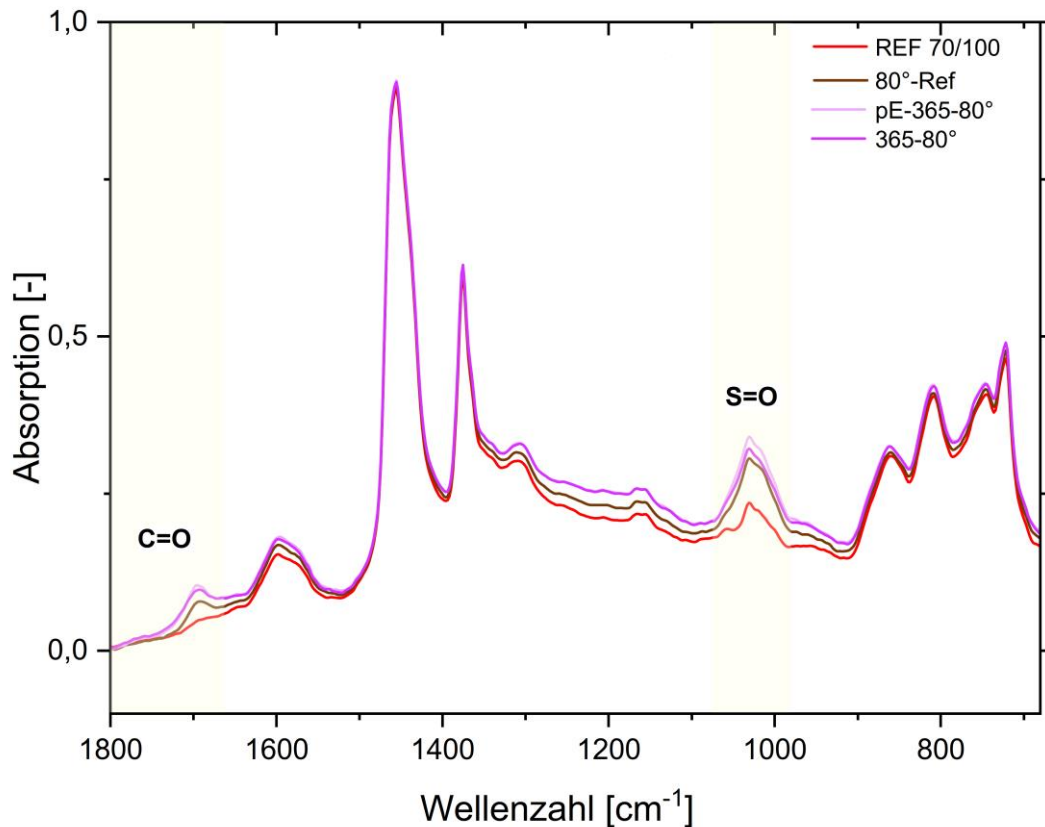


Abb. 41: FTIR-Spektrum Nebenversuchsreihe 2 - Lichtalterung mit Temperatureinwirkung 365nm

In Abb. 42 wird das FTIR-Spektrum der Bitumenproben, welche mit den Lampen bei 405nm bestrahlt wurden, dargestellt. Man erkennt, dass die Probe 405-80° mehr Carbonyle und Sulfoxide gebildet hat als die Probe pE-405-80° und somit stärker gealtert ist. Zusätzlich zeigt sich eine interessante neue Bande (Schulter) bei den Sulfoxiden, welche lediglich bei 405nm auftritt. Eine genaue Zuweisung ist bis dato nicht möglich bzw. bekannt.

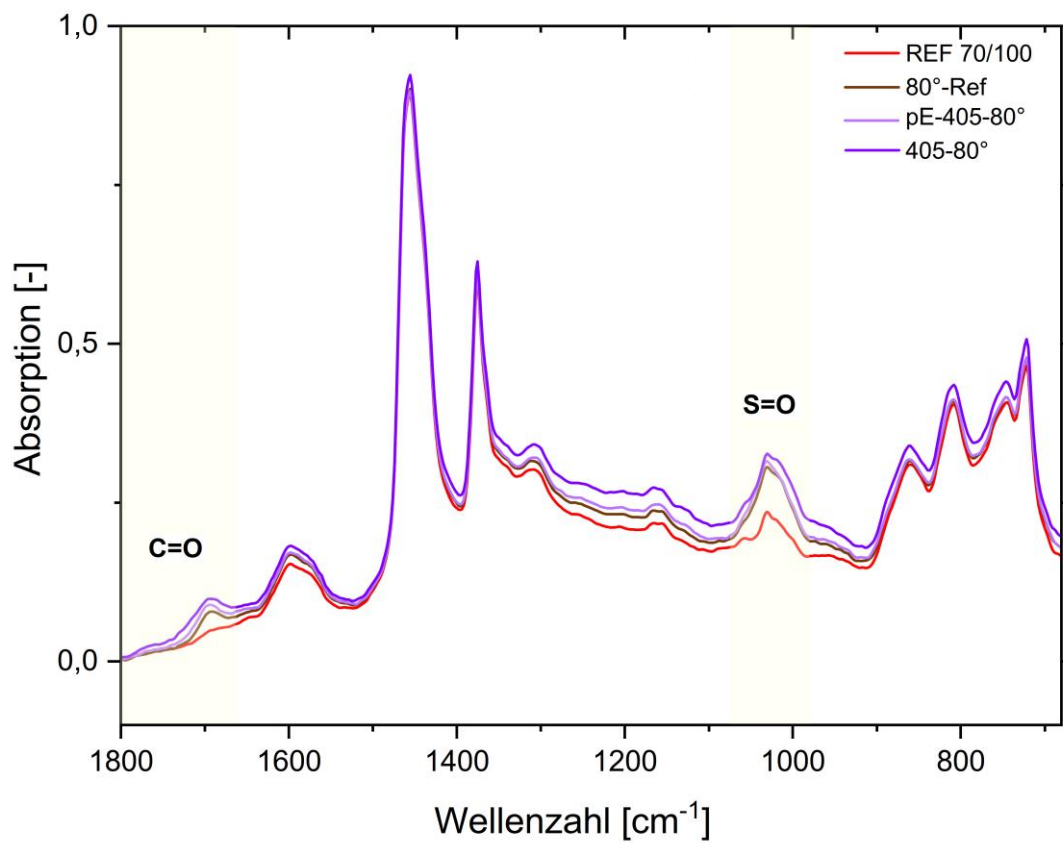


Abb. 42: FTIR-Spektrum Nebenversuchsreihe 2 - Lichtalterung mit Temperatureinwirkung 405nm

6.3.2 Alterungsindex AI_{FTIR}

Die berechneten Alterungsindizes der Nebenversuchsreihe 2 werden in Abb. 43 dargestellt. Betrachtet man die Lichtalterung zufolge des Lichtes bei 365nm erkennt man, dass die Probe pE-365-80° stärker gealtert ist als die Probe 365-80°. Diese Tatsache ist jedoch interessant, da die Bitumenoberfläche von pE-365-80° nach Beendigung des Versuches keine oxidierte Schicht aufweisen konnte. Somit kann festgestellt werden, dass der Zustand der Bitumenoberfläche zufolge einer Lichteinstrahlung bei 365nm nicht als Indikator für den stattgefundenen Alterungsprozess im Bindemittel verwendet werden kann.

Betrachtet man die Lichtalterung zufolge des Lichtes bei 405nm erkennt man, dass die Probe 405-80° einen höheren Alterungsindex aufweist als die Probe pE-405-80°. Es lässt sich daraus schließen, dass entgegen den Erkenntnissen aus der Hauptversuchsreihe, die chemische Lichtalterung des Bitumens bei einer Wellenlänge von

365nm und 405nm von der einwirkenden Lichtintensität abhängig ist. Weitere Versuche wären hier jedoch notwendig um diese Trends erneut zu bestätigen.

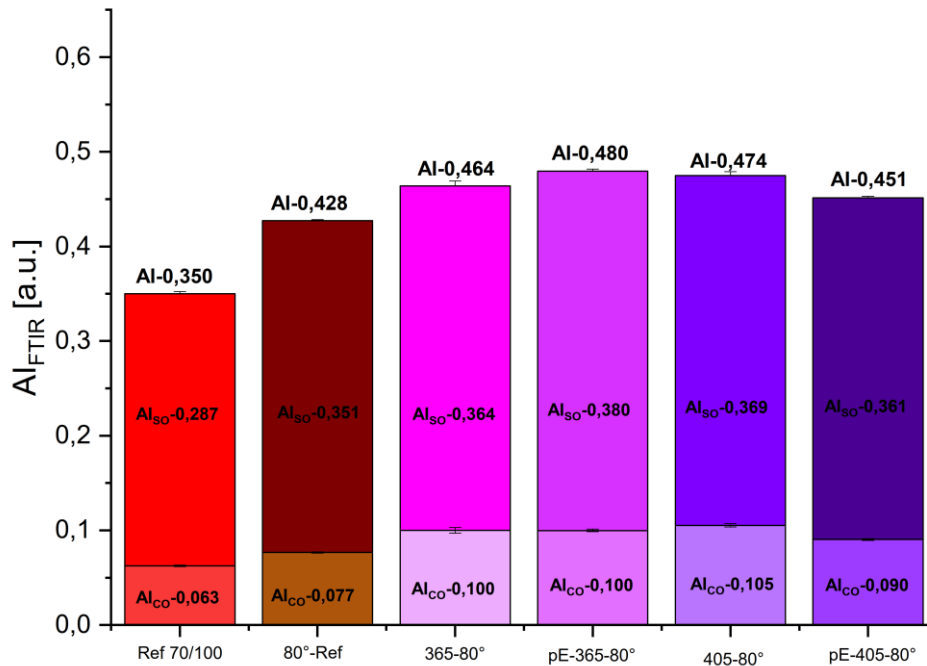


Abb. 43: Alterungsindizes Al_{FTIR} der Nebenversuchsreihe 2

6.3.3 DSR

In Abb. 44 ist der komplexe Schubmodul $|G^*|$ der Versuchsreihe 2 in Abhängigkeit der Temperatur dargestellt. Die Abb. 45 zeigt den Phasenwinkel δ der Versuchsreihe 2 in Abhängigkeit der Temperatur.

Man erkennt, dass die Proben bei einer Lichteinstrahlung mit 365nm unterschiedliche Verläufe bei $|G^*|$ und δ aufweisen. Die Probe 365-80° weist einen größeren Schubmodul und einen geringeren Phasenwinkel im Vergleich zu pE-365-80° auf. Obwohl diese Probe einen geringeren Alterungsindex aufweist, kann festgestellt werden, dass ihre mechanischen Parameter stärker beeinflusst werden. Die Lichtintensität bei einer Wellenlänge von 365nm ist somit nicht nur auf chemischer Ebene, sondern auch auf mechanischer Ebene für den Alterungsprozess im Bitumen entscheidend.

Betrachtet man die Proben 405-80° und pE-405-80° erkennt man, dass die Verläufe von $|G^*|$ und δ ident sind. Die unterschiedliche Lichtintensität bei einer Wellenlänge von 405nm führt somit zu keiner Änderung der mechanischen Parameter des Bindemittels und ist nur auf chemischer Ebene von Bedeutung.

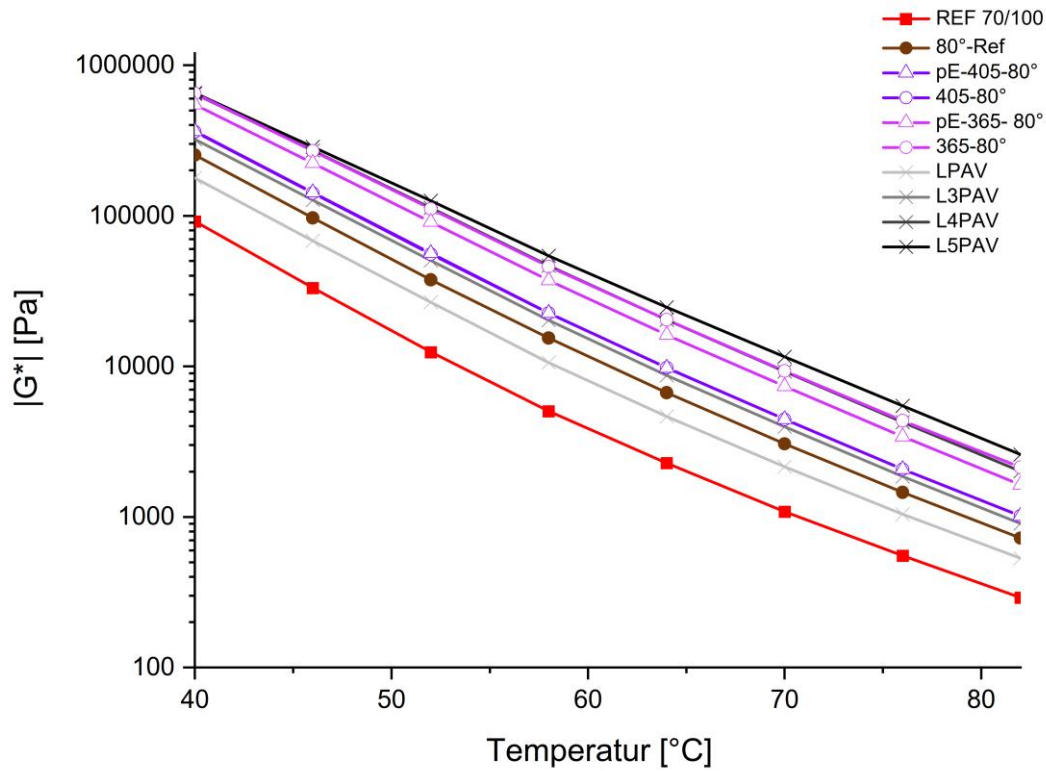


Abb. 44: Komplexer Schubmodul der Nebenversuchsreihe 2 & ein- und mehrfachgealterten PAV Proben in Abhängigkeit der Temperatur

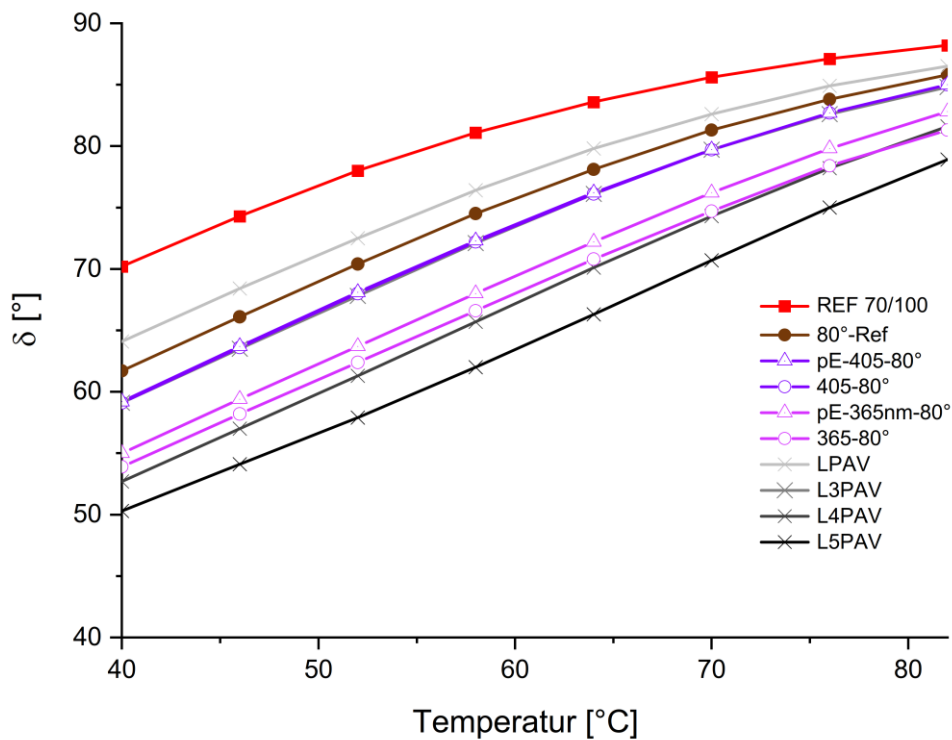


Abb. 45: Entwicklung des Phasenwinkels der Nebenversuchsreihe 2 & ein- und mehrfachgealterten PAV Proben in Abhängigkeit der Temperatur

6.3.4 Chemisch-Mechanische Korrelation (CMC)

In Abb. 46 ist die chemisch-mechanische Korrelation der Nebenversuchsreihe 2 und der einfach bzw. mehrfach PAV Proben dargestellt. Sämtliche Bitumen der Nebenversuchsreihe 2 weisen bei zunehmender Alterungsdauer eine höherer Steifigkeit auf.

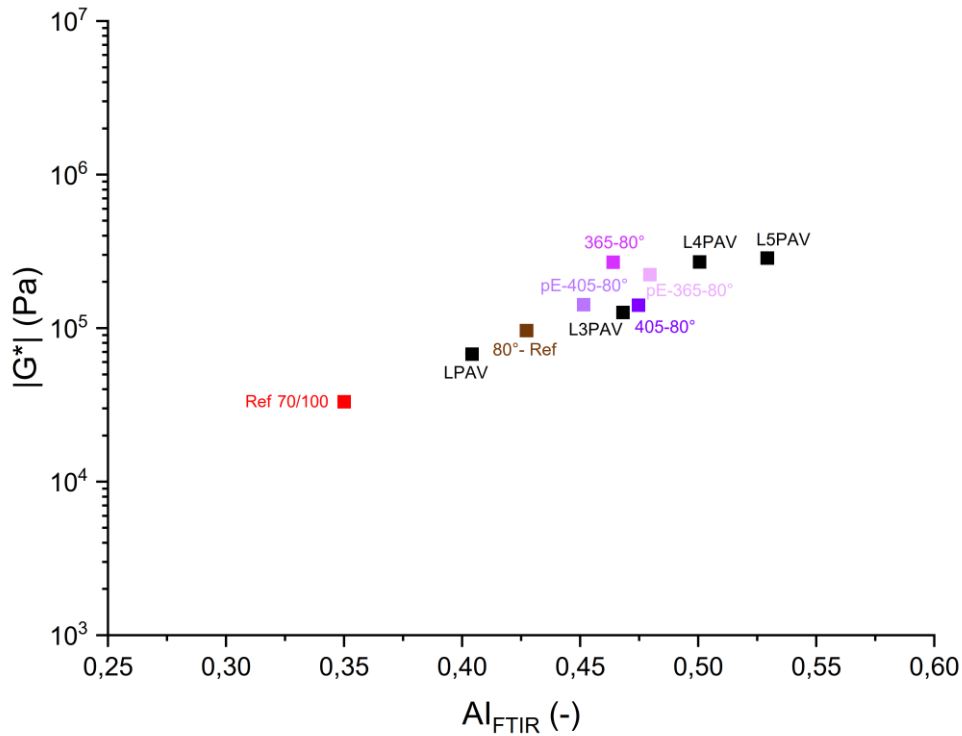


Abb. 46: Chemisch-mechanische Korrelation der Nebenversuchsreihe 2a & ein- und mehrfachgealterten PAV Proben bezogen auf komplexes Schubmodul

7 Zusammenfassung und Ausblick

Ziel dieser Arbeit war, den Einfluss der Sonneneinstrahlung auf den Alterungsprozess des Bitumens realitätsnah zu simulieren und zu untersuchen. Das einfallende Sonnenlicht wird in selektiven Wellenlängenbereichen unterschiedlich stark abgeschwächt bzw. von der Erdatmosphäre reflektiert. Das Hauptaugenmerk wurde auf das Licht im sichtbaren Spektralbereich VIS ($400\text{nm} < \lambda < 780\text{nm}$) gelegt, da dieses Licht kaum von der Erdatmosphäre absorbiert wird und 43% der Gesamtstrahlung an der Oberfläche ausmacht. Zusätzlich wurden zwei Nebenversuche durchgeführt, die sich mit der Lichtalterung in den Wellenlängenbereichen 365nm und 405nm befassen. Diese kurzen Wellenlängenbereiche sind sehr energiereich und sollten in der Theorie organisches Material stark oxidieren.

Die Simulation der Sonneneinstrahlung in den unterschiedlichen Wellenlängenbereichen (VIS, 365nm und 405nm) erfolgte mit speziellen Lampen, die die dazugehörige spektrale Verteilung aufweisen konnten.

Für die lichtinduzierte Langzeitalterung der Bitumenproben wurden zwei Ansätze bzw. Alterungsvorgänge gewählt. Zunächst wurde die Alterung unter reiner Lichteinwirkung untersucht. Anschließend wurde die Alterung in Kombination aus der Lichteinwirkung und einer der Temperatureinwirkung in Form einer Heizplatte untersucht. Zudem wurden reine Temperaturalterungsversuche (ohne Lichteinwirkung) durchgeführt, welche als wichtige Referenz für die temperaturinduzierte Langzeitalterung dienten. Die Heizplatte diente als Simulation der durch die Sonneneinstrahlung erhitzten Asphaltoberfläche. Somit konnte zwischen den Alterungsprozessen differenziert werden, welche nur durch die Lichteinstrahlung stattfinden und jene die durch die Kombination mit erhöhter Temperatur induziert wurden.

Anhand der durchgeführten Versuche konnte festgestellt werden, dass die Lichteinstrahlung einen Alterungsprozess im Bindemittel auslöst. Unter reiner Lichteinwirkung konnte in allen untersuchten Wellenlängenbereichen (VIS, 365nm und 405nm) ein geringfügiger Anstieg des Alterungsgrades im Vergleich zur Referenzprobe Ref 70/100 beobachtet werden. Es wurde zudem festgestellt, dass der Alterungsgrad der Proben aller Versuchsreihen, welche eine kombinierte Licht- und Temperatureinwirkung erfahren haben, deutlich höher ausgefallen ist. Durch den Vergleich mit der Referenzprobe 80°-Ref konnte man feststellen, dass dieser Zuwachs nicht allein auf die erhöhte Temperatur zurückzuführen ist. Der Hitzeeinfluss diente vielmehr als Oxida-

tionsverstärker, welcher zu einem Anstieg der Lichtalterung geführt hat. Somit lässt sich ein gewisser Synergismus zwischen Licht und Temperatur erkennen, welcher den starken Alterungsanstieg begründen kann.

Der Hauptversuch wurde mit zwei unterschiedlich Lichtquellen (Tageslichtlampen) durchgeführt, welche nicht dieselbe Intensität aufweisen (Faktor 1:300). Bemerkenswert ist jedoch, dass die Bitumenproben, welche mit diesen Lampen bestrahlt wurden, eine ähnliche Alterungsstufe aufweisen konnten. Somit konnte festgestellt werden, dass die unterschiedliche Einstrahlungsstärke der Lampen im Bereich des sichtbaren Lichtes zu keinem nennenswerten Unterschied auf die chemische und mechanische Alterung des Bindemittels führt.

Der Vergleich der unterschiedlichen Wellenlängen des Lichtes, welcher im Nebenversuch 1 geführt wurde, führt zum Ergebnis, dass das sichtbare Licht VIS den größten Einfluss auf die Alterung vom Bitumen hat. Die Probe, welche mit der Tageslichtlampe bestrahlt wurde, weist den größten Alterungsindex auf.

Zusammenfassend lässt sich sagen, dass das Licht in den untersuchten Wellenlängenbereichen VIS, 365nm und 405nm unter reiner Lichteinwirkung zu einem sehr geringen Alterungsprozess im Bindemittel führt. Dieser ist jedoch bei Kombination aus Licht- und Temperatur deutlich stärker ausgeprägt, sowohl auf chemischer als auch auf mechanischer Seite. Das sichtbare Licht hat in den untersuchten Wellenlängenbereichen den größten Einfluss auf die Alterung vom Bitumen.

Da das sichtbare Licht einen breiten Wellenlängenbereich ($400\text{nm} < \lambda < 780\text{nm}$) aufweist, sind zusätzliche Untersuchungen der einzelnen Wellenlängen notwendig. Somit könnte genau differenziert werden, welche Wellenlänge des sichtbaren Spektralbereiches den Alterungsvorgang im Bitumen hervorruft.

8 Literaturverzeichnis

- [1] G. Neroth und D. Vollenschaar, Wendehorst Baustoffkunde, Berlin: Vieweg+Teubner Verlag, 2011.
- [2] Asphalt Institute und Eurobitume, „The Bitumen Industry - A Global Perspective - Third Edition,“ 2015.
- [3] D. M. N. Prantl, „Asphalt und Bitumen - Vorlesung Werkstoffe 1,“ ETH Zürich, 2011.
- [4] D. Ganter, „Mikromechnische Eigenschaften von Bitumen bei der Verwendung ausgewählter Rejuvenatoren - Dissertation,“ Universität Duisburg Essen, 2021.
- [5] Eurobitume, „Nadelpenetration - EN 1426: Bitumen und bitumenhaltige Bindemittel - Bestimmung der Nadelpenetration,“ 2019.
- [6] M. Ruppe, „Alterung von Bitumen - Laborverfahren zur Simulation von Kurzzeit- und Langzeit-Alterung,“ *Magazin der Arbeitsgemeinschaft der Bitumen Industrie*, Mai 2014.
- [7] A. N. Koyun, J. Büchner, M. Wistuba und H. Grothe, „Laboratory and field ageing of SBS modified bitumen: Chemical properties and microstructural characterization,“ *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 2021. [Online]. Available: <https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2021.126856>.
- [8] M. Hospodka, „Alterungsmechanismen von Bitumen und Simulation der Alterung im Labor-Masterarbeit,“ Institut für Verkehrswesen Universität für Bodenkultur Wien, Wien, 2013.
- [9] P. Schönbauer, „Realistische Laboralterung und Analyse von Bitumen-Diplomarbeit,“ Institut für Verkehrswissenschaften - TU Wien, Wien, 2022.
- [10] J. Mirwald, „Realistic Ageing Simulation and Chemo-Mechanical Assessment of Bituminous Materials-Dissertation,“ Technische Universität Wien, Institut für Materialchemie, 2020.
- [11] Eurobitume, „Dynamisches Scherrheometer (DSR) - EN 14770: Bitumen und bitumenhaltige Bindemittel - Bestimmung des komplexen Schermoduls und des Phasenwinkels - DSR,“ 2019.
- [12] S. Weigel, „Innovative Wege der Bitumencharakterisierung mittels FTIR-Spektroskopie und multivariater Analysemethoden-Dissertation,“ Technische Universität Berlin, Berlin, 2018.
- [13] W. Roedel und T. Wagner, *Physik unserer Umwelt: Die Atmosphäre*, Bd. 5, Springer-Verlag GmbH Deutschland, 5.Auflage, 2017.
- [14] N. Borduas und N. M. Donahue, „Chapter 3.1 - The Natural Atmosphere,“ *Green Chemistry*, 2018. [Online]. Available: <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-809270-5.00006-6>.

- [15] Fachverband für Strahlenschutz e.V., „Leitfaden "Sonnenstrahlung",“ Köln, 2012.
- [16] „Vision Doctor,“ [Online]. Available: <https://www.vision-doctor.com/physialeigenschaften-licht.html>. [Zugriff am 27 06 2023].
- [17] J. Mirwald, D. Nura, L. Eberhardsteiner und B. Hofko, „Impact of UV-Vis light on the oxidation of bitumen in correlation to solar spectral irradiance data,“ Construction and Building Materials 316 (2022) 125816, 2022. [Online]. Available: <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2021.125816>.
- [18] „Amazon,“ Lucky Reptile Bright Sun UV Desert, [Online]. Available: <https://amzn.eu/d/8N2ZYI7>. [Zugriff am 28 06 2023].
- [19] „Thorlabs,“ Solis-365C-High Power LED, 365nm, [Online]. Available: <https://www.thorlabs.com/thorproduct.cfm?partnumber=SOLIS-365C>. [Zugriff am 28 06 2023].
- [20] „Thorlabs,“ Solis-405C-High Power LED, 405nm, [Online]. Available: <https://www.thorlabs.com/thorproduct.cfm?partnumber=SOLIS-405C>. [Zugriff am 28 06 2023].
- [21] „Thorlabs,“ Solis-3C-High Power LED, Day Light, [Online]. Available: <https://www.thorlabs.com/thorproduct.cfm?partnumber=SOLIS-3C>. [Zugriff am 28 06 2023].
- [22] „CoolLED Symply Better Control,“ pe-4000, [Online]. Available: <https://www.cooled.com/products/pe-4000/#1620745981962-13180e27-4384>. [Zugriff am 28 06 2023].
- [23] P. J. Larkin, Infrared and Raman Spectroscopy - Principles and Spectral Interpretation, Stamford USA: Elsevier Inc., 2018.

9 Abbildungsverzeichnis

Abb.1: Anwendungsbereiche Bitumen [2].....	2
Abb.2: Schematische Darstellung der Bitumengewinnung aus Rohöl [3]	3
Abb.3: Schematisch Darstellung der Nadelpenetration [5]	4
Abb. 4: Haupteinflussfaktoren für den Oxidationsprozess im Bitumen [7]	5
Abb.5: Alterungsindex während Kurz- und Langzeitalterung [9]	6
Abb.6:Schematische Darstellung vom DSR (links), Oszillationszyklus (mitte), viskoelastisches Verhalten (rechts) [10]	8
Abb.7: Darstellung der sinusförmigen Verläufe der Spannung τ und der Verformung γ bezogen auf die Zeit t [11]	9
Abb. 8: IR-Spektrum einer Bitumenprobe [12]	10
Abb.9: Intensität der Sonneneinstrahlung - Spektrum [15]	11
Abb.10: Globales Budget der solaren Strahlung im System Atmosphäre - Erdoberfläche [13]	12
Abb.11: Monatsmittel der Globalstrahlung für Dezember und Juni (W/m^2) [13].....	13
Abb.12: Elektromagnetisches Lichtspektrum [16].....	14
Abb.13: Spektrale Verteilung des Sonnenlichtes [13].....	15
Abb.14: Spektrale Verteilung der Strahlung im Bereich zwischen 300 und 800 nm [17]	16
Abb.15: Reptile Bright Sun UV Desert Lampe (links) und ihr Lichtspektrum(rechts) [18]	17
Abb.16: Leistungsintensität bei unterschiedlichen Arbeitshöhen [18].....	18
Abb.17: Thorlabs Solis 365C (links) und ihr Lichtspektrum (rechts) [19]	19
Abb.18: Thorlabs Solis 405C (links) und ihr Lichtspektrum (rechts) [20]	19
Abb.19: Thorlabs Solis 3C (links) und ihr Lichtspektrum (rechts) [21]	20
Abb.20: CoolLED pE-4000 System (links) und das Lichtspektrum der 16 LED(rechts) [22]	20
Abb.21: Probenvorbereitung (links) und Ofen für die Kurzzeitalterung (rechts).....	22
Abb.22: Versuchsaufbau Langzeitalterungsversuche unter Lichteinfluss	23
Abb.23: Heizplatte (IKA C-MAG HS7) und Heizstab (IKA ETS-D5).....	25
Abb.24: Versuchsaufbau Langzeitalterungsversuche unter Licht- und Temperatureinfluss.....	25

Abb.25: Erhitzte Bitumenprobe im Ofen (links) und umgefüllte Bitumenprobe (rechts)	27
Abb.26: Bitumenvorbereitung für ATR-FTIR-Messung	28
Abb.27: Bruker Alpha II (links) und Probe, während Messung (rechts)	28
Abb.28: Modular Compact Rheometer 302 der Firma Anton Paar	29
Abb. 29: FTIR-Spektrum Hauptversuchsreihe - Lichtalterung ohne Temperatureinwirkung	34
Abb. 30: FTIR-Spektrum Hauptversuchsreihe - Lichtalterung mit Temperatureinwirkung	35
Abb. 31: Alterungsindizes AI_{FTIR} der Hauptversuchsreihe	36
Abb. 32: Komplexer Schubmodul der Hauptversuchsreihe & ein- und mehrfachgealterten PAV Proben in Abhängigkeit der Temperatur	39
Abb. 33: Entwicklung des Phasenwinkels der Hauptversuchsreihe & ein- und mehrfachgealterten PAV Proben in Abhängigkeit der Temperatur	39
Abb. 34: Chemisch-mechanische Korrelation der Hauptversuchsreihe & ein- und mehrfachgealterten PAV Proben bezogen auf komplexes Schubmodul	40
Abb. 35: FTIR-Spektrum Nebenversuchsreihe 1 - Lichtalterung ohne Temperatureinwirkung	42
Abb. 36: FTIR-Spektrum Nebenversuchsreihe 1 - Lichtalterung mit Temperatureinwirkung	43
Abb. 37: Alterungsindizes AI_{FTIR} der Nebenversuchsreihe 1	44
Abb. 38: Komplexer Schubmodul der Nebenversuchsreihe 1 & ein- und mehrfachgealterten PAV Proben in Abhängigkeit der Temperatur	46
Abb. 39: Entwicklung des Phasenwinkels der Nebenversuchsreihe 1 & ein- und mehrfachgealterten PAV Proben in Abhängigkeit der Temperatur	46
Abb. 40: Chemisch-mechanische Korrelation der Nebenversuchsreihe 1 & ein- und mehrfachgealterten PAV Proben bezogen auf komplexes Schubmodul	47
Abb. 41: FTIR-Spektrum Nebenversuchsreihe 2 - Lichtalterung mit Temperatureinwirkung 365nm	49
Abb. 42: FTIR-Spektrum Nebenversuchsreihe 2 - Lichtalterung mit Temperatureinwirkung 405nm	50
Abb. 43: Alterungsindizes AI_{FTIR} der Nebenversuchsreihe 2	51
Abb. 44: Komplexer Schubmodul der Nebenversuchsreihe 2 & ein- und mehrfachgealterten PAV Proben in Abhängigkeit der Temperatur	52

Abb. 45: Entwicklung des Phasenwinkels der Nebenversuchsreihe 2 & ein- und mehrfachgealterten PAV Proben in Abhängigkeit der Temperatur	52
Abb. 46: Chemisch-mechanische Korrelation der Nebenversuchsreihe 2a & ein- und mehrfachgealterten PAV Proben bezogen auf komplexes Schubmodul	53
Abb. 47: Versuchsaufbau (links) & gealterte Probe Reptile SUN UV-RT (rechts)	62
Abb. 48: Versuchsaufbau (links) & gealterte Probe Reptile SUN UV-80 (rechts)	62
Abb. 49: Versuchsaufbau (links) & gealterte Probe – 3C-RT(rechts)	63
Abb. 50: Versuchsaufbau (links) & gealterte Probe – 3C-80°(rechts).....	63
Abb. 51: Versuchsaufbau (links) & gealterte Probe 365-RT (rechts).....	64
Abb. 52: Versuchsaufbau (links) & gealterte Probe – 365-80° (rechts)	64
Abb. 53: Versuchsaufbau (links) & gealterte Probe – 405-RT(rechts).....	65
Abb. 54: Versuchsaufbau (links) & gealterte Probe 405-80° (rechts)	65
Abb. 55: Versuchsaufbau (links) & gealterte Probe – pE-365-80° (rechts).....	66
Abb. 56: Versuchsaufbau (links) & gealterte Probe – pE-405-80°(rechts).....	66

10 Tabellenverzeichnis

Tab.1: Hauptbestandteile Bitumen [1]	4
Tab.2: Prozentuale Zusammensetzung des Sonnenspektrums anhand der Gesamtstrahlung [14]	15
Tab.3: Spektrale Bestrahlungsstärke in Bezug auf die Wellenlänge [17]	16
Tab. 4: Technische Daten / Leistung des CoolLED pE-4000 Systems [17].....	21
Tab.5:Übersicht Versuchsprogramm	31

11 Anhang

11.1 Fotodokumentation der gealterten Bitumenproben

Reptile SUN UV-RT



Abb. 47: Versuchsaufbau (links) & gealterte Probe Reptile SUN UV-RT (rechts)

Reptile SUN UV-80°

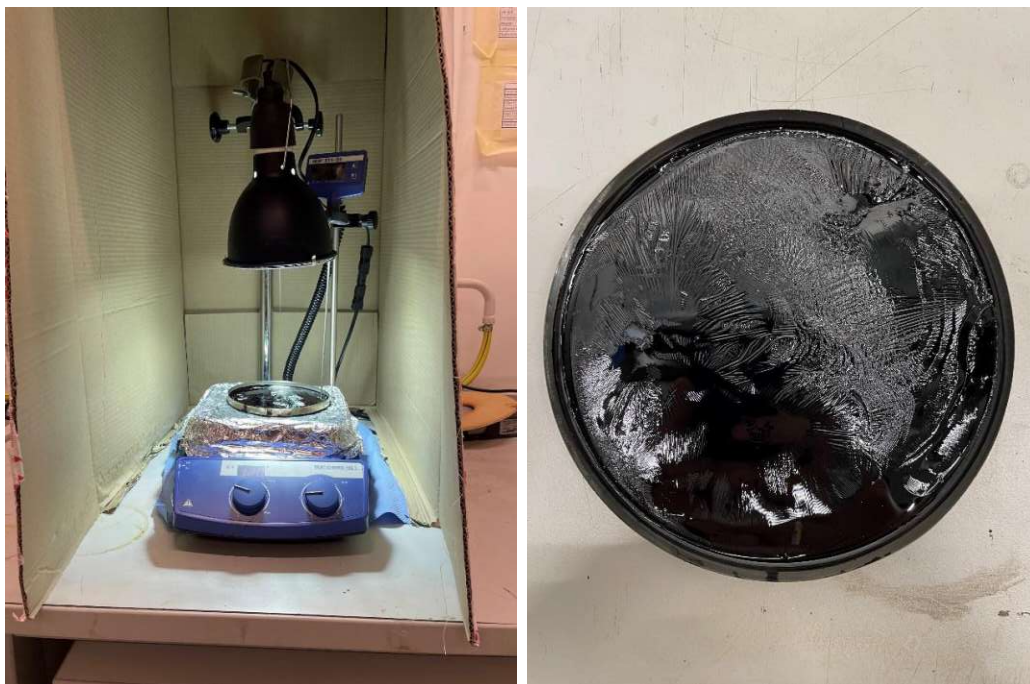


Abb. 48: Versuchsaufbau (links) & gealterte Probe Reptile SUN UV-80 (rechts)

3C-RT

Abb. 49: Versuchsaufbau (links) & gealterte Probe – 3C-RT(rechts)

3C-80°

Abb. 50: Versuchsaufbau (links) & gealterte Probe – 3C-80°(rechts)

365-RT

Abb. 51: Versuchsaufbau (links) & gealterte Probe 365-RT (rechts)

365-80°

Abb. 52: Versuchsaufbau (links) & gealterte Probe – 365-80° (rechts)

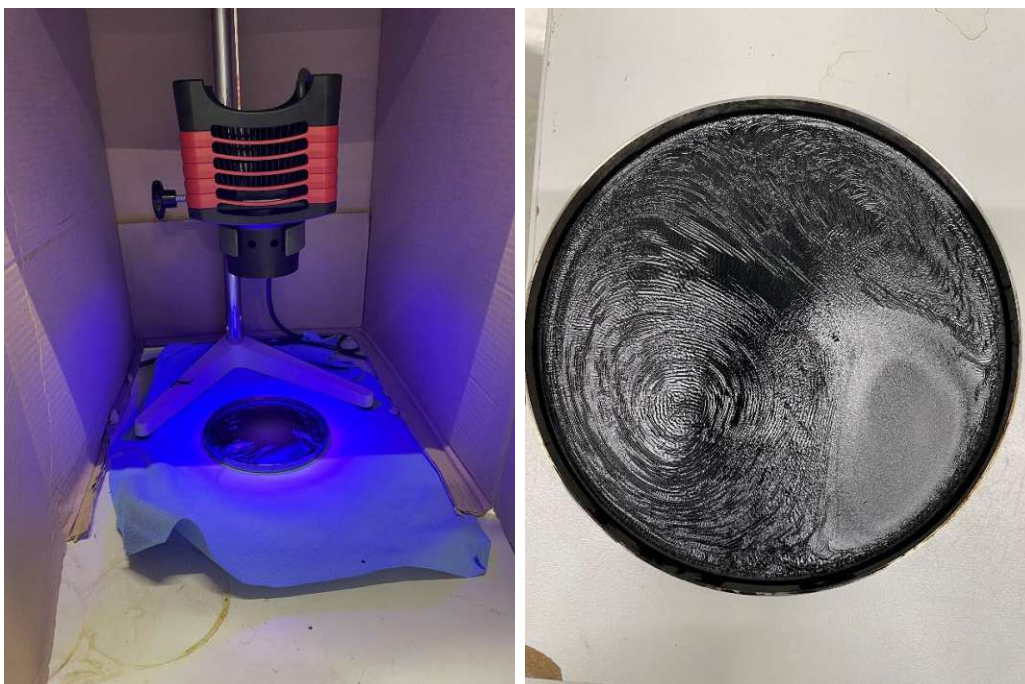
405-RT

Abb. 53: Versuchsaufbau (links) & gealterte Probe – 405-RT(rechts)

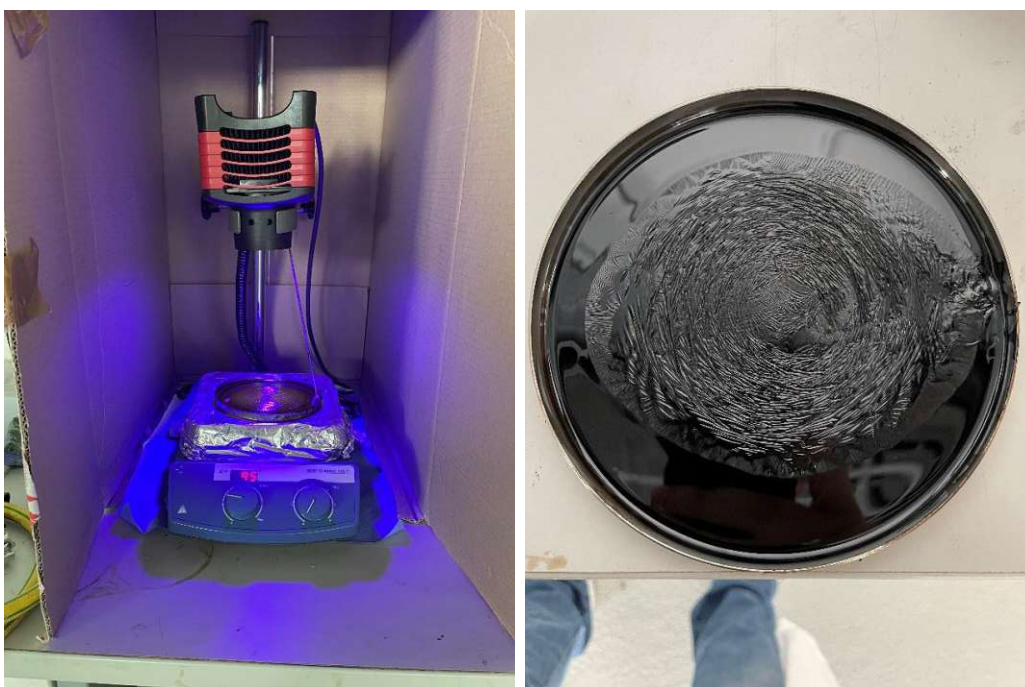
405-80°

Abb. 54: Versuchsaufbau (links) & gealterte Probe 405-80° (rechts)

pE-365-80°

Abb. 55: Versuchsaufbau (links) & gealterte Probe – pE-365-80° (rechts)

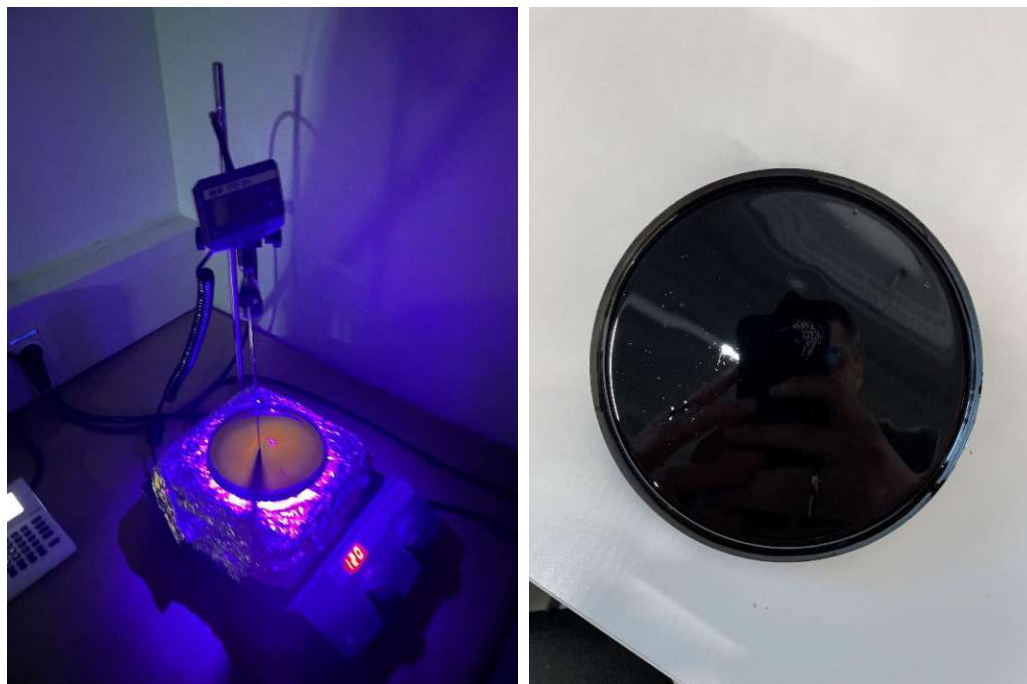
pE-405-80°

Abb. 56: Versuchsaufbau (links) & gealterte Probe – pE-405-80°(rechts)