

DIN EN 14770



ICS 75.140; 91.100.50

Einsprüche bis 2022-04-18
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN 14770:2012-08

Entwurf

**Bitumen und bitumenhaltige Bindemittel –
Bestimmung des komplexen Schermoduls und des Phasenwinkels –
Dynamisches Scherrheometer (DSR);
Deutsche und Englische Fassung prEN 14770:2022**

Bitumen and bituminous binders –
Determination of complex shear modulus and phase angle –
Dynamic Shear Rheometer (DSR);
German and English version prEN 14770:2022

Bitumes et liants bitumineux –
Détermination du module complexe en cisaillement et de l'angle de phase –
Rhéomètre à cisaillement dynamique (DSR);
Version allemande et anglaise prEN 14770:2022

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2022-02-18 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Norm von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses Entwurfs besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal von DIN unter www.din.de/go/entwuerfe bzw. für Norm-Entwürfe der DKE auch im Norm-Entwurfs-Portal der DKE unter www.entwuerfe.normenbibliothek.de, sofern dort wiedergegeben;
- oder als Datei per E-Mail an nmp@din.de möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/go/stellungnahmen-norm-entwuerfe oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder in Papierform an den DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP), 10772 Berlin oder Am DIN-Platz, Burggrafenstr. 6, 10787 Berlin.

Die Empfänger dieses Norm-Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevanten Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 50 Seiten

DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN 14770:2022) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 336 „Bitumenhaltige Bindemittel“ erarbeitet, dessen Sekretariat von AFNOR (Frankreich) gehalten wird.

Das zuständige deutsche Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 062-03-32 GA „Gemeinschaftsarbeitsausschuss NMP/NABau/FGSV 7.2.0.1: Bitumen; Prüfverfahren und Anforderungen für die Bindemittel“ im DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP).

Um Zweifelsfälle in der Übersetzung auszuschließen, ist die englische Originalfassung beigelegt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen Text.

Aktuelle Informationen zu diesem Dokument können über die Internetseiten von DIN (www.din.de) durch eine Suche nach der Dokumentennummer aufgerufen werden.

Änderungen

Gegenüber DIN EN 14770:2012-08 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Verweisung auf veraltete Normen IP PM CM-02 und XPT 66-065 entfernt;
- b) Integration der „komplexen Nachgiebigkeit“ entfernt;
- c) Verwendung der Begriffe „Scherdeformation“ und „Scherspannung“ vereinheitlicht;
- d) Verwendung des Begriffs „bitumenhaltiges Bindemittel“ vereinheitlicht;
- e) Verweisung auf EN 1427 von Abschnitt 2 in die Literaturhinweise verschoben; Verweisungen auf EN 12607-1, EN 14023 und EN 14769 in die Literaturhinweise aufgenommen;
- f) Definitionen „Scherdeformationssteuerungsmodus“ und „Scherspannungssteuerungsmodus“ hinzugefügt;
- g) Verwendung des Begriffs „Bereich des linear-viskoelastischen Verhaltens“ vereinheitlicht;
- h) Verwendung des Begriffs „komplexer Schermodul“ zusammen mit dem entsprechenden Symbol $|G^*|$ vereinheitlicht; Beschreibung des komplexen Schermoduls leicht überarbeitet;
- i) 6.1, 7.1 und 8.1 unter Verweisung auf Anhang E hinzugefügt;
- j) Informationen über verschiedene Plattendurchmesser von 5.1 nach 6.2 (neu) verschoben; Informationen über verschiedene Plattendurchmesser in 6.2 aktualisiert und Plattendurchmesser von 4 mm hinzugefügt;
- k) Abweichung für Rheometerspezifikation in 5.1 entfernt;
- l) geeignete Maße für Silikonformen in 5.2 hinzugefügt;
- m) Probengefäße für die Vorbereitung der Probenkörper in 5.2 entfernt. 7.3, 7.4 und 8.2;
- n) Verwendung des Begriffs „Probekörper“ vereinheitlicht;
- o) 6.4 „Einstellen des Plattenabstandes“ überarbeitet und präzisiert;
- p) Teilproben von weniger als 50 g in 7.2 eingeführt;

- q) Zuschneiden von Probekörpern bei Raumtemperatur in 7.4 entfernt;
- r) Lagerungsbedingungen und Lagerungsdauer der Probekörper in 7.4 überarbeitet;
- s) 8.2 „Platzierung des Probekörpers auf dem Rheometer“ und 8.3 „Abstandseinstellung“ überarbeitet;
- t) Abstandskompensation in 8.4 hinzugefügt;
- u) Berechnung von TX und δ_{TX} in Abschnitt 9 und neuer Anhang D hinzugefügt;
- v) Abschnitt 10 überarbeitet und mit neuen Präzisionsdaten ergänzt, anstelle des Variationskoeffizienten werden nun Wiederholpräzision r und Vergleichpräzision R verwendet;
- w) Begriffe c) und d) in Abschnitt 11 hinzugefügt;
- x) Anhang C „Bestimmung des linear-viskoelastischen Bereichs (LVB)“ überarbeitet;
- y) Anhang E „Flussdiagramm“ hinzugefügt.

– *Entwurf* –

E DIN EN 14770:2022-03

– Leerseite –

Bitumen und bitumenhaltige Bindemittel – Bestimmung des komplexen Schermoduls und des Phasenwinkels – Dynamisches Scherrheometer (DSR)

Bitumen and bituminous binders – Determination of complex shear modulus and phase angle – Dynamic Shear Rheometer (DSR)

Bitumes et liants bitumineux – Détermination du module complexe en cisaillement et de l'angle de phase – Rhéomètre à cisaillement dynamique (DSR)

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	4
1 Anwendungsbereich	6
2 Normative Verweisungen	6
3 Begriffe	6
4 Kurzbeschreibung	7
5 Gerät	7
6 Vorbereitung von Rheometern	8
6.1 Allgemeines	8
6.2 Auswahl der Geometrie	8
6.3 Einrichten	9
6.4 Einstellen des Plattenabstandes	9
7 Probekörpervorbereitung	10
7.1 Allgemeines	10
7.2 Erwärmung von Bindemitteln mit Vorbereitungstemperaturen über 100 °C	10
7.3 Erwärmung von Bindemitteln mit Vorbereitungstemperaturen unter 100 °C	10
7.4 Probekörperherstellung und Lagerungsbedingungen	11
8 Durchführung	11
8.1 Allgemeines	11
8.2 Platzierung der Probekörper auf dem Rheometer	11
8.3 Abstandseinstellung	12
8.4 Auswahl der Temperatur- und Frequenzbedingungen	12
8.5 Prüfmessverfahren	13
9 Angabe der Ergebnisse	14
10 Präzision	14
11 Prüfbericht	15
Anhang A (informativ) Verfahren zum Nachprüfen der Temperatur	17
Anhang B (informativ) Bestimmung der Gleichgewichtseinstellungszeit	18
Anhang C (normativ) Bestimmung des linear-viskoelastischen Bereichs (LVB)	19
Anhang D (normativ) Bestimmung der rheologischen Parameter TX und δ_{TX}	20
Anhang E (informativ) Flussdiagramm	22
Literaturhinweise	24

Bilder

Bild E.1 — Flussdiagramm für die Vorbereitung des Rheometers und die Vorbereitung des Probekörpers	22
Bild E.2 — Flussdiagramm für das Prüfverfahren	23

Tabellen

Tabelle 1 — Geschätzte Präzision für den komplexen Schermodul $ G^* $ und den Phasenwinkel δ	14
Tabelle 2 — Ergebnisse des Ringversuchs von BNPétrole, Frankreich	15
Tabelle 3 — Ergebnisse des Ringversuchs von Eurobitume Deutschland	15
Tabelle D.1 — Definitionen der Temperaturen T_0 , T_1 , T_2 , T_3 und T_4 in Bezug auf Messgeometrie, $ G^* $ -Wert bei 1,59 Hz (10 rad s^{-1}) und Stufe des Bindemittels	20

Tabelle D.2 — Ringversuchsergebnisse mit Schätzungen für die Wiederholpräzision, r, und die Vergleichpräzision, R, für $T1$ und δ_{T1} von BNPétrole, Frankreich, mit Bezug auf bitumenhaltige Bindemittel und Jahr des Ringversuchs	21
Tabelle D.3 — Ringversuchsergebnisse mit Schätzungen für die Wiederholpräzision, r, und die Vergleichpräzision, R, für $T2$ und δ_{T2} von BNPétrole, Frankreich, mit Bezug auf bitumenhaltige Bindemittel und Jahr des Ringversuchs	21

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN 14770:2022) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 336 „Bitumenhaltige Bindemittel“ erarbeitet, dessen Sekretariat von AFNOR gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur CEN-Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wird EN 14770:2012 ersetzen.

Im Vergleich zur vorherigen Ausgabe wurden die folgenden technischen Änderungen vorgenommen:

- a) Verweisung auf veraltete Normen IP PM CM-02 und XPT 66-065 entfernt;
- b) Integration der „komplexen Nachgiebigkeit“ entfernt;
- c) Verwendung der Begriffe „Scherdeformation“ und „Scherspannung“ vereinheitlicht;
- d) Verwendung des Begriffs „bitumenhaltiges Bindemittel“ vereinheitlicht;
- e) Verweisung auf EN 1427 von Abschnitt 2 in die Literaturhinweise verschoben; Verweisungen auf EN 12607-1, EN 14023 und EN 14769 in die Literaturhinweise aufgenommen;
- f) Definitionen „Scherdeformationssteuerungsmodus“ und „Scherspannungssteuerungsmodus“ hinzugefügt;
- g) Verwendung des Begriffs „Bereich des linear-viskoelastischen Verhaltens“ vereinheitlicht;
- h) Verwendung des Begriffs „komplexer Schermodul“ zusammen mit dem entsprechenden Symbol $|G^*|$ vereinheitlicht; Beschreibung des komplexen Schermoduls leicht überarbeitet;
- i) 6.1, 7.1 und 8.1 unter Verweisung auf Anhang E hinzugefügt;
- j) Informationen über verschiedene Plattendurchmesser von 5.1 nach 6.2 (neu) verschoben; Informationen über verschiedene Plattendurchmesser in 6.2 aktualisiert und Plattendurchmesser von 4 mm hinzugefügt;
- k) Abweichung für Rheometerspezifikation in 5.1 entfernt;
- l) geeignete Maße für Silikonformen in 5.2 hinzugefügt;
- m) Probengefäße für die Vorbereitung der Probenkörper in 5.2 entfernt. 7.3, 7.4 und 8.2;
- n) Verwendung des Begriffs „Probekörper“ vereinheitlicht;
- o) 6.4 „Einstellen des Plattenabstandes“ überarbeitet und präzisiert;
- p) Teilproben von weniger als 50 g in 7.2 eingeführt;
- q) Zuschneiden von Probekörpern bei Raumtemperatur in 7.4 entfernt;
- r) Lagerungsbedingungen und Lagerungsdauer der Probekörper in 7.4 überarbeitet;
- s) 8.2 „Platzierung des Probekörpers auf dem Rheometer“ und 8.3 „Abstandseinstellung“ überarbeitet;
- t) Abstandskompensation in 8.4 hinzugefügt;

- u) Berechnung von TX und δTX in Abschnitt 9 und neuer Anhang D hinzugefügt;
- v) Abschnitt 10 überarbeitet und mit neuen Präzisionsdaten ergänzt, anstelle des Variationskoeffizienten werden nun Wiederholpräzision r und Vergleichpräzision R verwendet;
- w) Begriffe c) und d) in Abschnitt 11 hinzugefügt;
- x) Anhang C „Bestimmung des linear-viskoelastischen Bereichs (LVB)“ überarbeitet;
- y) Anhang E „Flussdiagramm“ hinzugefügt.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein allgemeines Verfahren fest, bei dem ein dynamisches Scherrheometer (DSR) zur Anwendung kommt, mit dem die rheologischen Eigenschaften von bitumenhaltigen Bindemitteln gemessen werden können. Die Durchführung schließt die Bestimmung des komplexen Schermoduls und des Phasenwinkels von Bindemitteln über einen Bereich von Prüffrequenzen und Prüftemperaturen bei der Prüfung im Oszillations-Modus ein.

Aus der Prüfung werden sowohl der komplexe Schermodul, $|G^*|$, und der zugehörige Phasenwinkel, δ , für eine gegebene Temperatur und Frequenz als auch die Komponenten G' und G'' des komplexen Schermoduls berechnet.

Dieses Verfahren ist anwendbar für nicht gealterte, gealterte und rückgewonnene bitumenhaltige Bindemittel.

WARNUNG — Die Anwendung dieses Dokuments kann den Umgang mit gefährlichen Substanzen und Ausrüstungsteilen und die Ausführung gefährlicher Arbeitsgänge einschließen. Dieses Dokument erhebt nicht den Anspruch, alle mit seiner Anwendung verbundenen Sicherheitsprobleme anzusprechen. Es liegt in der Verantwortung des Anwenders dieses Dokuments, geeignete Verhaltensregeln für den Arbeits- und Gesundheitsschutz festzulegen und vor der Anwendung zu klären, ob einschränkende Vorschriften zu berücksichtigen sind.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente werden im Text in solcher Weise in Bezug genommen, dass einige Teile davon oder ihr gesamter Inhalt Anforderungen des vorliegenden Dokuments darstellen. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

EN 12594, *Bitumen und bitumenhaltige Bindemittel — Vorbereitung von Untersuchungsproben*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

ISO und IEC stellen terminologische Datenbanken für die Verwendung in der Normung unter den folgenden Adressen bereit:

— IEC Electropedia: verfügbar unter <https://www.electropedia.org/>

— ISO Online Browsing Platform: verfügbar unter <https://www.iso.org/obp>

3.1

Scherdeformationssteuerungsmodus

Rheometersteuerungsmodus, bei dem eine gewünschte Winkelauslenkung auf den Probekörper einwirkt und das entsprechende Drehmoment gemessen wird

Anmerkung 1 zum Begriff: Mit Hilfe des Scherdeformationsfaktors der Messgeometrie kann aus der aufgetragenen Winkelauslenkung eine Scherdeformation des Probekörpers berechnet werden. Mit Hilfe des Scherspannungsfaktors der Messgeometrie kann aus dem gemessenen Drehmoment eine Scherspannung des Probekörpers berechnet werden. Zusätzliche Korrekturen können angewendet werden, um die tatsächliche Scherdeformation und die tatsächliche Scherspannung des Probekörpers zu berechnen.

3.2

Scherspannungssteuerungsmodus

Rheometersteuerungsmodus, bei dem ein gewünschtes Drehmoment auf den Probekörper ausgeübt und die entsprechende Winkelauslenkung gemessen wird

Anmerkung 1 zum Begriff: Mit Hilfe des Scherspannungsfaktors der Messgeometrie kann aus dem aufgebrachten Drehmoment eine Scherspannung des Probekörpers berechnet werden. Mit Hilfe des Scherdeformationsfaktors der Messgeometrie kann aus der gemessenen Winkelauslenkung eine Scherdeformation des Probekörpers berechnet werden. Zur Berechnung der wahren Scherspannung des Probekörpers und der wahren Scherdeformation des Probekörpers können zusätzliche Korrekturen vorgenommen werden.

3.3

komplexer Schermodul

$|G^*|$

Quotient aus der Amplitude der Scherspannung zur Amplitude der Scherdeformation bei harmonischer, sinusförmiger Oszillation

Anmerkung 1 zum Begriff: Der (mathematische) Realteil des komplexen Schermoduls $|G^*|$ ist G' . Er ist mit dem elastischen Teil des Werkstoffverhaltens verbunden, der die während eines Scherzyklus gespeicherte Energie darstellt. Der Realteil ist der komplexe Schermodul multipliziert mit dem Kosinus des Phasenwinkels, ausgedrückt in Grad.

Anmerkung 2 zum Begriff: Der (mathematische) Imaginärteil des komplexen Schermoduls ist G'' . Er steht im Zusammenhang mit dem viskosen Anteil des Werkstoffverhaltens, der die während eines Scherzyklus abgegebene Energie darstellt. Der Imaginärteil ist der komplexe Schermodul multipliziert mit dem Sinus des Phasenwinkels, ausgedrückt in Grad.

3.4

Phasenwinkel

δ

Phasendifferenz zwischen Scherspannung und Scherdeformation bei harmonischer Oszillation

3.5

Isotherme

Gleichung oder Kurve in einer graphischen Darstellung, die das Verhalten eines Werkstoffes bei konstanter Temperatur beschreibt

3.6

Isochrone

Gleichung oder Kurve in einer graphischen Darstellung, die das Verhalten eines Werkstoffes bei konstanter Frequenz beschreibt

3.7

Bereich des linear-viskoelastischen Verhaltens

Bereich, in dem der komplexe Schermodul von der Scherspannung oder Scherdeformation unabhängig ist

4 Kurzbeschreibung

Eine bekannte oszillierende Spannung wird an die temperaturgeregelter Prüfgometrie angelegt, in der sich der bitumenhaltige Probekörper befindet. Die Scherdeformation des Bindemittels als Reaktion auf die Spannung wird gemessen. Alternativ dazu kann auf den Probekörper eine bekannte oszillierende Scherdeformation angewendet und die hervorgerufene Scherspannung gemessen werden.

Außer in Sonderfällen wird diese Prüfung im Bereich des linear-viskoelastischen Verhaltens durchgeführt.

5 Gerät

Neben dem üblichen Laborgerät und Glasgegenständen ist Folgendes erforderlich:

5.1 Dynamisches Scherrheometer (DSR), das entweder ein integriertes Temperaturregelsystem oder eine externe Temperaturregelung aufweist, mit dem bzw. der die Temperatur während der gesamten Prüfdauer über den Mindestbereich von 5 °C bis 85 °C mit einer Grenzwabweichung von $\pm 0,1$ °C geregelt werden kann. Das Rheometer muss mit parallelen Platten versehen sein, deren Abstand über die gesamte Fläche der Platten konstant ist. Je nach dem zu erwartenden Bereich des komplexen Schermoduls werden verschiedene Plattendurchmesser (z. B. 25 mm, 8 mm oder 4 mm) verwendet (siehe 6.2). Das Temperaturregelsystem muss beide Platten einschließen, um Temperaturgefälle zwischen den Platten zu vermeiden. Wenn der Probekörper in einer anderen Flüssigkeit als Wasser temperiert wird, ist sicherzustellen, dass diese Flüssigkeit die Eigenschaften des zu untersuchenden Werkstoffes nicht beeinflusst. Das Rheometer muss $|G^*|$ im Bereich von 1 kPa bis 10 MPa und den Phasenwinkel (δ) mindestens im Bereich von 0° bis 90° bestimmen können.

ANMERKUNG 1 Für den Fall, dass Flüssigkeit für das Temperieren des Probekörpers verwendet wird, hat sich ein Wasser-Glykol-Gemisch als geeignet erwiesen. Dessen Mischungsverhältnis hängt davon ab, wie niedrig die Temperatur ist, bei der geprüft werden soll. Rheometer mit Hochfrequenz(RF)-Erwärmung und/oder Flüssiggaskühlung oder anderen Heiz-/Kühlsystemen können in Übereinstimmung mit den Herstelleranweisungen betrieben werden.

Wenn die untere Platte nominell den gleichen Durchmesser wie die obere Platte hat, sollte durch eine Sichtprüfung sichergestellt werden, dass die beiden Platten senkrecht ausgerichtet sind. Besteht irgendein Zweifel über die Ausrichtung der oberen und unteren Platte, sollte der Hersteller oder ein qualifizierter Techniker die Plattengeometrie neu ausrichten.

ANMERKUNG 2 Die Tatsache, dass sich der Bereich der Temperaturregelung von 5 °C bis 85 °C erstreckt, führt nicht zu der festen Annahme, dass für alle Bindemittel zwangsläufig richtige Ergebnisse über diesen Bereich erhalten werden (siehe 6.2 und 6.3, Anmerkung 1). Es können auch Temperaturen außerhalb dieses Bereichs angewendet werden, sofern die Ergebnisse nicht durch Material- oder Messgerätebeschränkungen beeinträchtigt werden (siehe 6.2).

5.2 Gussformen oder Plattenmaterial, zur Vorbereitung der Probekörper. Die Gussformen oder gegebenenfalls das Plattenmaterial müssen (muss) aus Silikon oder einem ähnlichen Werkstoff bestehen, der nicht am Probekörper kleben bleibt.

Für eine Prüfgeometrie mit einem Durchmesser von 25 mm und einer Abstandseinstellung von 1 mm darf eine Form mit einem Hohlraum von etwa 18 mm Durchmesser und 2 mm Tiefe verwendet werden. Für eine Prüfgeometrie mit einem Durchmesser von 8 mm und einer Abstandseinstellung von 2 mm darf eine Form mit einem Hohlraum von etwa 8 mm Durchmesser und 2,5 mm Tiefe verwendet werden. Für eine Prüfgeometrie mit einem Durchmesser von 4 mm und unterschiedlichen Einstellungen des Plattenabstandes darf eine Form mit einem Hohlraum von etwa 4 mm Durchmesser und 3 mm Tiefe verwendet werden. In jedem Fall muss der Betreiber sicherstellen, dass der Abstand nach 8.3 ausreichend ausgefüllt ist.

Die Verwendung von Fetten oder anderen als Antihafmittel dienenden Produkten sollte vermieden werden, da sie das Haftvermögen des Probekörpers an den Rheometerplatten beeinträchtigen können.

5.3 Wärmekammer, zwangsbelüftetes Labormodell, die bzw. das auf Temperaturen zwischen 50 °C und 200 °C auf ± 5 °C geregelt werden kann.

6 Vorbereitung von Rheometern

6.1 Allgemeines

Ein informatives Flussdiagramm für die Vorbereitung von Rheometern ist in Anhang E, Bild E.1, enthalten.

6.2 Auswahl der Geometrie

Für verschiedene Bereiche des komplexen Schermoduls müssen Platten mit unterschiedlichen Durchmessern und Einstellungen des Plattenabstandes verwendet werden, um die Grenzen des Messgeräts zu beachten.

Für die Bestimmung des komplexen Schermoduls von bitumenhaltigen Bindemitteln im Bereich von 1 kPa bis 100 kPa ist die Geometrie mit einem Durchmesser von 25 mm und einer Abstandseinstellung von 1,0 mm

für die meisten Messgeräte geeignet. Für die Bestimmung des komplexen Schermoduls von bitumenhaltigen Bindemitteln im Bereich von 100 kPa bis 10 MPa ist die Geometrie mit einem Durchmesser von 8 mm und einer Abstandseinstellung ab 2,0 mm für die meisten Messgeräte geeignet. Es wird empfohlen, die Prüfergebnisse der beiden Geometrien zu überlappen (siehe 8.5).

Für die Bestimmung des komplexen Schermoduls von bitumenhaltigen Bindemitteln unter 1 kPa wird eine Geometrie mit einem Durchmesser von mehr als 25 mm empfohlen. Alternativ darf auch die Geometrie mit einem Durchmesser von 25 mm verwendet werden, sofern die Prüfergebnisse im erwarteten Bereich des komplexen Schermoduls mit einer kalibrierten Flüssigkeit verifiziert werden.

Es dürfen auch Platten mit anderen Durchmessern und anderen Einstellungen des Plattenabstandes mit unterschiedlichen Bereichen des komplexen Schermoduls verwendet werden, wenn sichergestellt ist, dass Nachgiebigkeitseinflüsse des Messgeräts die Ergebnisse nicht beeinflussen (siehe 6.3, Anmerkung 1), die Mindestdrehmomentspezifikation des Rheometers eingehalten wird und die Prüfung im linear-viskoelastischen Bereich durchgeführt wird (siehe Abschnitt 8).

ANMERKUNG Jüngste Forschungsergebnisse belegen die Eignung eines Plattendurchmessers von 4 mm für die Prüfung komplexer Schermodule in einem Bereich von 10 MPa bis 1 GPa. Je nach Platzierungsverfahren der Probekörper ist im Allgemeinen eine Abstandseinstellung zwischen 1,0 mm und 3,0 mm geeignet.

6.3 Einrichten

Das Rheometer ist entsprechend der in den Herstelleranweisungen angegebenen Reihenfolge einzurichten, einschließlich der Durchführung der Auswahl und Einstellung der richtigen Geometrie und des richtigen Abstandes.

ANMERKUNG 1 Die Auswahl der Systemgeometrie kann die Genauigkeit der Ergebnisse beeinflussen. Möglicherweise hat der Hersteller die Arbeitsgrenzen bereits bestimmt und diese Angaben stehen zur Verfügung, andernfalls können die Grenzen bestimmt werden, indem ein Testkörper über einen Bereich von Prüftemperaturen mit allen bei der praktischen Anwendung zu erwartenden Arten der Geometrie geprüft wird und anschließend $|G^*|$ entweder gegen die Frequenz oder gegen den Phasenwinkel (δ) graphisch aufgetragen wird. Wenn die Abweichung zwischen den Graphen aller geometrischen Formen 15 % überschreitet, ist dies ein Anzeichen für Auswirkungen der Nachgiebigkeitseinflüsse auf eine oder mehrere geometrische Formen. Die gewählte(n) Geometrie(n), die die schnellere Abnahme von $|G^*|$ oder den kleineren Phasenwinkel zeigt (zeigen), weist (weisen) auf das Erreichen der Genauigkeitsgrenze hin. Des Weiteren sind für die meisten Rheometer, die im Allgemeinen in diesem Dokument verwendet werden, ungeachtet der gewählten Geometrie, $|G^*|$ -Werte über 10^9 Pa wahrscheinlich suspekt. Software-Korrekturen der Steifigkeit können zulässig sein, vorausgesetzt, der Hersteller stellt eine angemessene Validierung zur Verfügung.

Das Rheometer und das Temperaturregelsystem sollten in regelmäßigen Abständen in Übereinstimmung mit dem Qualitätssicherungsverfahren des Laboratoriums kalibriert werden. Das Rheometer und das Temperaturregelsystem sollten nach einem Verfahren kalibriert werden, das auf eine nationale Norm zurückführbar ist. Außerdem ist es ratsam, die Genauigkeit des Temperaturregelsystems in regelmäßigen Zeitabständen mit einem zertifizierten Temperaturmessgerät nachzuprüfen. Es ist zu beachten, dass externe Messgeräte den Temperaturwert nur dann richtig registrieren, wenn sie richtig kalibriert sind. Ein Verfahren zum Nachprüfen der Temperatur ist in Anhang A beschrieben.

ANMERKUNG 2 Die Temperatur innerhalb der Probekörper kann von der vom Messgerät registrierten Temperatur abweichen, wenn die angewendete Dauer für die Gleichgewichtseinstellung nicht ausreichend ist. Ein Verfahren zur Bestimmung der Gleichgewichtseinstellungsdauer ist in Anhang B beschrieben.

6.4 Einstellen des Plattenabstandes

Bei der Initialisierung muss der Abstand zwischen den Platten auf Null gesetzt werden, um eine Referenz für die Abstandsänderung bei der Wärmeausdehnung der Geometrie zu erhalten. Vor der Belastung des ersten Probekörpers wird der Plattenabstand mit beiden sauberen Platten bei Umgebungstemperatur eingestellt.

ANMERKUNG Bei Temperaturregelungssystemen mit minimalen thermischen Gradienten innerhalb des Abstands kann der Plattenabstand auf eine beliebige Temperatur eingestellt werden, die das thermische Gleichgewicht der Geometrie sicherstellt.

Wenn das DSR keine Abstandskompensationsfunktion hat, kann der Plattenabstand auf den Mittelpunkt des zu prüfenden Temperaturbereichs eingestellt werden.

7 Probekörpervorbereitung

ACHTUNG — Dieses Dokument schließt den Umgang mit Geräten und Bindemitteln bei sehr hohen Temperaturen ein. Beim Umgang mit heißem Bindemittel sind stets Schutzhandschuhe und Schutzbrille zu tragen, und ein Kontakt mit ungeschützten Hautpartien ist zu vermeiden.

7.1 Allgemeines

Ein informatives Flussdiagramm für die Probenvorbereitung ist in Anhang E, Bild E.1 enthalten.

7.2 Erwärmung von Bindemitteln mit Vorbereitungstemperaturen über 100 °C

Diese Verfahrensweise ist anwendbar für alle Bindemittel außer für verschnittene und rückgewonnene und stabilisierte Bindemittel aus Emulsionen. Das bitumenhaltige Bindemittel wird nach EN 12594 vorbereitet.

Wenn die Spezifikationsklasse des Bindemittels bekannt ist, darf der obere Grenzwert des Erweichungspunktes verwendet werden.

Ein unnötig langes Erwärmen der Sammelprobe des Bindemittels ist zu vermeiden, und die in EN 12594 angegebenen Erwärmungsperioden sind vor der Entnahme einer oder mehrerer Teilproben als Höchstdauer anzuwenden. Bei sehr großen Sammelproben ist es vorteilhaft, das Bindemittel nach dem Erwärmen und sorgfältigen Homogenisieren wieder in kleinere Sammelproben aufzuteilen. Die Probe ist in die Wärmekammer zu stellen, die auf eine Temperatur von $(85 \pm 5)^\circ\text{C}$ über dem zu erwartenden Erweichungspunkt des Bindemittels oder auf 180°C geregelt ist, je nachdem, welche Temperatur niedriger ist. Bei polymermodifizierten Bindemitteln muss die Temperatur entsprechend EN 12594 gewählt werden.

Bindemittelproben dürfen nicht öfter als zweimal wiedererwärmt werden.

Die Wiedererwärmungszeiten für Teilproben müssen die folgenden Anforderungen erfüllen:

- | | |
|--------------------|-------------------|
| — < 50 g: | höchstens 15 min; |
| — 50 g bis 100 g: | höchstens 30 min; |
| — 100 g bis 500 g: | höchstens 1 h; |
| — 500 g bis 1 kg: | höchstens 2 h. |

7.3 Erwärmung von Bindemitteln mit Vorbereitungstemperaturen unter 100 °C

Diese Verfahrensweise ist für verschnittene Bindemittel und stabilisierte Bindemittel aus Emulsionen vorgesehen. Das Bindemittel ist in ausreichendem Maße und für die Dauer, die erforderlich ist, zu erwärmen, bis es ausreichend flüssig ist, um entweder die Herstellung kleinerer Sammelproben oder die unmittelbare Vorbereitung von geformten Probekörpern zu ermöglichen. Das Bindemittel darf nicht auf über 100°C erwärmt werden.

ANMERKUNG Üblicherweise ist das Erwärmen des Bindemittels bis zum Erweichungspunkt ausreichend. Bei stark modifizierten Bindemitteln, die aus Emulsionen stabilisiert wurden, kann eine Temperatur nahe 100°C günstiger sein. Bei besonders viskosen Proben kann ein Spatel verwendet werden, um der Sammelprobe jeweils kleine Mengen zu entnehmen und auf die Rheometerplatte zu geben.

Bindemittelproben dürfen nicht öfter als zweimal wiedererwärmt werden.

7.4 Probekörperherstellung und Lagerungsbedingungen

Gussformen oder Trennlagen dürfen für alle Bindemittelarten verwendet werden.

Wenn das Bindemittel nach der Erwärmungsperiode die vorgesehene Temperatur erreicht, wird mit einem Spatel gerührt und gemischt, um besonders bei polymermodifizierten Bindemitteln die erforderliche Homogenität sicherzustellen, oder es wird nach der Erwärmungsperiode eine Teilprobe von angemessener Größe für die sichere Handhabung und von hinreichendem Volumen zur Herstellung der erforderlichen Anzahl an Probekörpern plus etwa 50 % entnommen.

Das Bindemittel wird in Gussformen oder direkt auf die Trennlagen gegossen. Es muss darauf geachtet werden, dass der Probekörper keine Luftblasen enthält. Es wird (werden) eine oder mehrere Probekörperform(en) gewählt, die mit der ausgewählten Prüfeinrichtung zuverlässige Messwerte liefert (liefern). Die Formen müssen bei Raumtemperatur gelagert werden. Wenn die Umgebungstemperatur über 30 °C liegt oder das Bindemittel sehr weich ist, dürfen die Probekörper zur Lagerung abgekühlt werden, jedoch nicht unter 5 °C. Alle Probekörper müssen abgedeckt sein.

Für alle bitumenhaltigen Bindemittel ist eine Mindestlagerdauer vor dem Entformen und Prüfen von 30 min einzuhalten. Bei modifizierten Bindemitteln, die Phänomene wie Kristallisation aufweisen (z. B. EVA-modifizierte Bindemittel), muss die Mindestlagerdauer auf 12 h erhöht werden. Bei allen bitumenhaltigen Bindemitteln darf eine maximale Frist von zwei Wochen nicht überschritten werden. Die Lagerzeit muss im Prüfbericht angegeben werden.

8 Durchführung

8.1 Allgemeines

Ein informatives Flussdiagramm für das Prüfverfahren ist in Anhang E, Bild E.2, enthalten.

8.2 Platzierung der Probekörper auf dem Rheometer

Vor dem Einbringen der Probekörper werden die Rheometerplatten sorgfältig durch Reinigen mit Hilfe eines geeigneten Lösemittels und eines weichen Reinigungstuchs oder -papiers vorbereitet. Dabei dürfen weder metallische noch andere Werkstoffe zur Anwendung kommen, die die Oberflächen der Platten beschädigen könnten, und es ist darauf zu achten, dass der Schaft der oberen Platte nicht verbogen wird.

Bei Verwendung von Gussformen oder aus Emulsionen dürfen die Probekörper vor dem Entformen für eine Dauer von höchstens 30 min in einen auf nicht unter 5 °C eingestellten Kühlschrank gegeben werden. Das Entformen und die Überführung auf das Rheometer sollten unmittelbar nach der Entnahme aus dem Kühlschrank erfolgen.

Die Platzierung der Probekörper muss unter Bedingungen erfolgen, die eine zufriedenstellende Adhäsion der Probekörper auf der Rheometerplatte sicherstellen, die durchlaufenen rheologischen Änderungen der Probekörper zurücksetzen, indem sie eine ausreichende molekulare Beweglichkeit zulassen und eine angemessene Füllung des Abstands sicherstellen (siehe 8.3). Fließt der Probekörper vor dem Erreichen der Abstandseinstellung aus dem Abstand heraus und ist keine ausreichende Füllung vorhanden, so muss die Platzierungstemperatur verringert werden.

Die Temperatur beider Platten wird auf den erwarteten Erweichungspunkt des Bindemittels plus 5 °C bis 20 °C eingestellt. Die Temperatur muss über einen Zeitraum von mindestens 5 min innerhalb einer Toleranz von $\pm 1,0$ °C liegen. Falls die obere Platte nicht über eine eigene Heizeinrichtung verfügt, kann diese Erwärmung durch Kontakt mit der unteren Platte und/oder mit Hilfe eines Wasserbads erfolgen. Der Probekörper wird eingelegt und der Schneidabstand nach 8.3 eingestellt.