

基于针入度指标的新旧沥青扩散特性研究

胡光胜,王笑风,杨博,冯明林

(河南省交通规划设计研究院股份有限公司,河南 郑州 450000)

摘要:通过采用 RFOT 老化方法制备了老化时间为 180、270 和 360 min 的老化基质沥青和 SBS 改性沥青,并与新基质沥青共同制作针入度试验试样,分别置于 60、100、130 和 160 ℃ 的烘箱下存储 2、4、8 和 12 h 后进行针入度试验,然后采用“针入度差”指标对两种沥青在不同条件下的扩散特性进行研究。借助正交试验方法对影响扩散特性的各因素间的显著性进行了分析。结果表明:在相同条件下,沥青的存储温度越高,老化时间越长,新沥青的扩散越明显;在存储初期的 2~8 h 内,沥青的扩散现象不断加剧;随着时间的延长,扩散现象逐渐减缓,当超过 8 h 后,扩散程度基本保持稳定,变化不大。正交试验表明:在影响新旧沥青扩散的各因素中,存储温度是最主要因素,存储时间次之,存储温度与时间的交互作用和老化程度影响很小。

关键词:扩散程度;存储时间;存储温度;老化程度;针入度

1 引言

从沥青组分变化来看,沥青路面老化的本质是沥青的组分发生不可逆的化学变化。旧沥青的再生可看作从外界补充损失的组分,以达到配伍性,进而改善其性能,是老化的逆过程。在废旧沥青混合料再生利用过程中,新沥青中的轻质组分较多,各组分浓度较为均衡,会向旧沥青中扩散、融合,从而使老化沥青得以再生。如果新沥青只包裹在老化沥青表面而无法扩散到

旧沥青中,新旧沥青不能充分混溶,不利于老化沥青相关技术指标的改善和恢复,所以对新沥青在旧沥青中的扩散特性进行研究具有重要的现实意义。

目前,国内外对再生剂的扩散机理已有较多研究。Oliver 为研究老化沥青的扩散现象,利用氙元素对沥青进行了标定,通过观察老化过程中氙元素的变化,得出扩散与温度之间具有阿伦尼乌斯关系,而且分子量越小,扩散速度越快;Wolosick 和 Carpenter 采用两阶段萃取沥青测定黏度变化的方法对再生剂在老化沥青中的扩散特性进行了研究,结果表明:在老化沥青中再

- *****
- [4] 白金安,姚红森,杨军. 橡胶沥青高温性能对比研究[J]. 石油沥青,2017(2).
- [5] 郭咏梅,许丽,吴亮,等. 基于 MSCR 试验的改性沥青高温性能评价[J]. 建筑材料学报,2018(1).
- [6] Shen J, Amirkhanian S. The Influence of Crumb Rubber Modifier (CRM) Microstructures on the High Temperature Properties of CRM Binders[J]. International Journal of Pavement Engineering,2005,6(4):265-271.
- [7] 牛冬瑜,韩森,徐鸥明,等. 聚乙烯类添加剂对橡胶沥青混合料路用性能的影响[J]. 江苏大学学报(自然科学版),2016(4).
- [8] Fang C, Wu C, Hu J, et al. Pavement Properties of Asphalt Modified with Packaging-Waste Polyethylene[J]. Journal of Vinyl and Additive Technology,2014,20(1):

- 31-35.
- [9] 彭文勇,赵弘亮. 聚乙烯橡胶改性沥青的研究[J]. 云南交通科技,2000(1).
- [10] 韩君,于晓飞,周德洪. 废旧 PE/橡胶粉复合改性沥青性能研究[J]. 筑路机械与施工机械化,2016(7).
- [11] 陈昌鑫,叶群山. 交联聚乙烯和橡胶复合改性沥青高温性能研究[J]. 西部交通科技,2017(3).
- [12] Ouyang C, Gao Q, Shi Y, et al. Compatibilizer in Waste Tire Powder and Low-Density Polyethylene Blends and the Blends Modified Asphalt[J]. Journal of Applied Polymer Science,2012,123(1):485-492.
- [13] JTG E20-2011 公路工程沥青及沥青混合料试验规程[S].
- [14] JTG F40-2004 公路沥青路面施工技术规范[S].

生剂是由黏度较低区域向较高区域扩散,最后达到平衡;Isacsson和 Karlsson 对沥青再生剂进行标记,并借助傅立叶衰减全反射红外分析技术观察标记物的变化,在不同老化程度的沥青中加入再生剂,并按照 Fick 定律建模对再生剂的扩散规律进行研究,相关成果表明:再生剂的扩散程度受温度影响显著,当温度超过 30 ℃时,再生剂的扩散效果与扩散温度呈现阿伦尼乌斯关系;同时,还初步探讨了胶结料组成和厚度对扩散效果的影响;耿九广利用动态剪切流变仪对不同沥青反应敏感的特点,研究了再生剂在不同沥青中扩散系数的变化规律及影响扩散的原因,结果表明:由于改性沥青的黏度比基质沥青大,使得再生剂在基质沥青中的扩散程度更加显著;李胜强通过检测不同比例的再生剂与老化沥青混溶搅拌、静置一定时间后的针入度值,研究了再生剂在老化沥青中随时间变化的扩散特点,提出了对再生沥青性能进行性能检测的最短混溶时间要求;王凤楼以规范规定的针入度试验为基础,提出了一种新的针入度试验,以便对不同再生剂的扩散特性进行简单、可行的评价,结果表明:进行再生剂扩散效果评价时,可以采用再生剂扩散 3~4 h 后的针入度值作为参考指标。

目前,多采用模拟针入度试验对再生剂在老化沥青中的扩散特性进行研究,具体方法是:在针入度试模中倒入一定质量的老化沥青后,再用一定质量的再生剂进行覆盖,然后在规定的温度、时间等条件下测定混溶后再生沥青的针入度变化,以评价其扩散效果。这种试验思路实质是对菲克定律的简单模拟,是在假设试验压强和温度不变的环境中,由于老化沥青和再生剂的密度不同,两者间存在一定的浓度差,再生剂会在老化沥青中由外向内扩散,随着扩散的逐渐完成,沥青之间的各个组分也重新分配达到新的状态,从而使沥

青的黏度发生变化,而针入度可以间接反映沥青黏度变化,所以采用基于针入度的扩散评价模型反映沥青扩散现象具有一定道理。

该文借鉴上述再生剂扩散效果的评价思路,在老化沥青上覆盖一层新沥青作为整体进行试验,以老化沥青覆盖新沥青后的初始针入度值作为基准值(P_0),然后改变试验条件,检测相应的针入度值(P_i),即可采用所测针入度值(P_i)与基准值(P_0)之间的差值(ΔP_i)反映新沥青在不同条件下的扩散特性,用以评价新沥青在老化沥青中的扩散效果,试验模型见图 1。

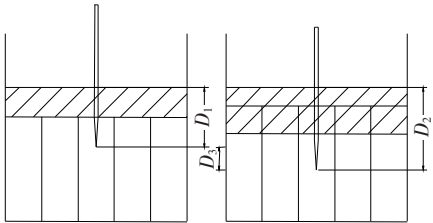


图 1 基于针入度的新旧沥青扩散变化示意图

图中 D_1 为针入度基准值(P_0), D_2 为改变试验条件后的针入度值(P_i), D_3 为所测针入度值(P_i)与基准值(P_0)-之差(ΔP_i),可用以表征新沥青在旧沥青中的扩散程度。

2 新旧沥青扩散试验

通过对影响再生沥青性能的因素进行分析,下面将从沥青的存储时间、存储温度及老化时间 3 个方面对新旧沥青的扩散特性进行研究。

2.1 原材料

试验所用沥青材料为壳牌 90# 道路石油沥青和 SBS 改性沥青,相关技术指标见表 1、2。

表 1 壳牌 90# 道路石油沥青技术指标要求

试验项目	单位	检测结果	技术要求
针入度(25 ℃,5 s,100 g)	0.1 mm	82.2	80~100
15 ℃延度	cm	126	≥100
软化点(R&B)	℃	46.4	≥45
密度(15 ℃)	g/cm ³	1.027	实测值
RTFOT 后残留物	残留针入度比(25℃)	70	≥57
	质量变化	±0.68	≤±0.8
	残留延度(15℃)	37	≥20

旧沥青为采用 RFOT 老化方法对基质沥青和 SBS 改性沥青分别老化 180、270 和 360 min 获得。

2.2 试验过程

(1) 将新沥青在 130~145 ℃条件下加热 2~3 h

表 2 SBS 改性沥青技术指标要求

试验项目		单位	检测结果	技术要求
针入度(25℃,5 s,100 g)		0.1 mm	69	60~80
软化点(R&B)		℃	81.6	≥55
离析,48 h 软化点差		℃	1.6	≤2.5
延度(5℃,5 cm/min)		cm	33	≥30
25℃弹性恢复		%	91	≥65
密度(15℃)		g/cm ³	1.022	实测值
RTFOT 后残留物	残留针入度比(25℃)	%	71	≥62
	质量变化	%	0.38	≤±1.0
	残留延度(15℃)	cm	37	≥20

后倒入小型针入度试模中,在室温下静置 0.5~1.0 h 后移到(25±0.1)℃的恒温水浴中保温 1 h 后测定其针入度值(常规针入度试验要求保温不少于 1.5 h,该方法为减少浇模、保温过程中由于发生扩散而产生的误差,故缩短了试验时间)。将满足规范误差要求的针入度值进行处理,得到针入度平均值为 8.6 mm。

(2) 扩散试验过程中,为确保针头能完全刺穿新沥青且进入旧沥青中一定深度,将上述平均针入度值减少部分值作为试针刺入新沥青的参考值(选择 7.0 mm),结合新沥青密度,计算得出达到针入度参考值所需新沥青的质量。

(3) 向小型针入度盛样器皿中倒入在规定条件下制备的老化沥青 50 g,等到冷却后,再倒入 17 g 新沥青。

(4) 将老化 180、270 和 360 min 的沥青分别制成试样后,分别放在 60、100、130 和 160℃的烘箱下存储 2、4、8 和 12 h 后取出,在室温下冷却 0.5~1.0 h,然后在(25±0.1)℃的恒温水浴中保温 1 h 后进行针入度试验。

2.3 试验结果

不同老化程度的旧沥青试样在不同存储温度和存储时间下的针入度试验结果见表 3。

表 3 基质沥青和 SBS 改性沥青不同条件下的针入度

老化时 间/min	存储时 间/h	不同温度(℃)时的针入度/(0.1 mm)							
		基质沥青				SBS 改性沥青			
		60	100	130	160	60	100	130	160
180	0	60.3	60.2	60.3	60.1	71.4	71.1	71.3	71.1
	2	59.3	54.5	48.5	39.6	70.9	69.6	57.2	53.9
	4	59.1	52.5	44.6	31.6	70.5	69.0	53.9	51.0
	8	58.2	51.7	42.6	26.3	70.1	68.7	51.8	50.2
	12	57.1	51.5	42.3	25.7	69.5	68.2	51.0	49.0
270	0	64.9	64.9	64.7	64.8	69.9	69.7	69.9	69.6
	2	63.3	57.8	51.6	43.6	69.2	67.6	55.5	49.0
	4	63.0	55.8	48	35.5	69.0	66.6	51.7	47.0
	8	62.7	55.1	44.9	29.3	68.4	66.2	50.1	45.2
	12	62.7	54.7	44.5	28.1	67.9	66.1	49.4	45.1
360	0	72.4	71.7	71.4	71.5	70.4	70.1	70.5	70.2
	2	69.8	61.4	55.2	49.5	69.7	64.9	55.1	45.3
	4	69.5	57.7	51.5	39.6	69.3	63.9	51.6	39.8
	8	69.3	56.8	49.9	31.2	68.8	63.8	50.2	39.2
	12	69.2	56.7	49.3	30.9	68.2	63.5	49.9	39.1

从表 3 可以看出:

(1) 在相同的存储时间和存储温度下,老化沥青的针入度随着老化时间的延长而不断增大。当存储温度为 60 ℃时,不同老化程度的试样在各存储时间下的针入度值基本相同;当存储温度达到 100 ℃以上时,存储时间越长,沥青老化越严重,试样的针入度越小,随着存储温度不断升高,老化不断加快,针入度值下降越显著。即存储温度越高、存储时间越长、老化程度越大,新沥青在老化沥青中的扩散现象越明显。

(2) 在存储时间、存储温度和旧沥青老化程度相同的条件下,两种沥青的针入度的变化具有相似的规

律,但 SBS 改性沥青的变化更小。这是由于 SBS 改性沥青具有更稳定的空间结构和更好的耐高温性能,新沥青在老化改性沥青中的扩散更加困难。

3 新旧沥青扩散特性影响因素分析

为更加直观地分析新沥青在老化沥青中的扩散现象,以存储时间为 0 时的针入度为基准值,通过不同条件下与基准值之差(称为“针入度差”)来反映沥青的扩散程度,结果如表 4 所示。

表 4 基质沥青和 SBS 改性沥青在不同条件下的针入度差

老化时 间/min	存储时 间/h	不同温度(℃)下的针入度差/(0.1 mm)							
		基质沥青				SBS 改性沥青			
		60	100	130	160	60	100	130	160
180	2	1.2	5.8	11.8	20.5	0.5	1.5	14.1	17.2
	4	1.4	7.7	15.8	28.5	0.9	2.1	17.4	20.1
	8	2.3	8.5	17.7	33.8	1.3	2.4	19.5	20.9
	12	3.4	8.7	18.0	34.4	1.9	2.9	20.3	22.1
270	2	1.6	7.1	13.1	21.2	0.7	2.1	14.4	20.6
	4	1.9	9.1	16.7	29.3	0.9	3.1	18.2	22.6
	8	2.2	9.8	19.8	35.5	1.5	3.6	19.8	24.4
	12	2.2	10.2	20.2	36.7	2.0	3.6	20.5	24.5
360	2	2.6	10.3	16.2	22.0	0.7	5.2	15.4	24.9
	4	2.9	14.0	19.9	31.9	1.1	6.2	18.9	30.4
	8	3.1	14.9	21.5	40.3	1.6	6.3	20.3	31.0
	12	3.2	15.0	22.1	40.6	2.2	6.6	20.6	31.1

3.1 旧沥青老化时间的影响

从表 4 可知:在不同的存储温度下,老化时间不同的旧沥青均随存储时间的变化具有相似的规律。当存储时间不同时,新沥青与老化后的两种沥青混溶后,针入度差值的变化规律具有一致性,即旧沥青老化时间越长,新沥青的扩散程度越大,而且基质沥青的变化更明显。原因在于旧沥青老化时间越长,内部轻质组分损失越多,新旧沥青的浓度差越大,扩散效果越明显;而且与基质沥青相比,由于 SBS 改性剂的加入,改性沥青的耐高温性能较强,在相同的老化时间下,组成成分更加稳定,轻质组分损失较小,新旧沥青的浓度差变化不大,扩散程度的变化明显小于基质沥青。

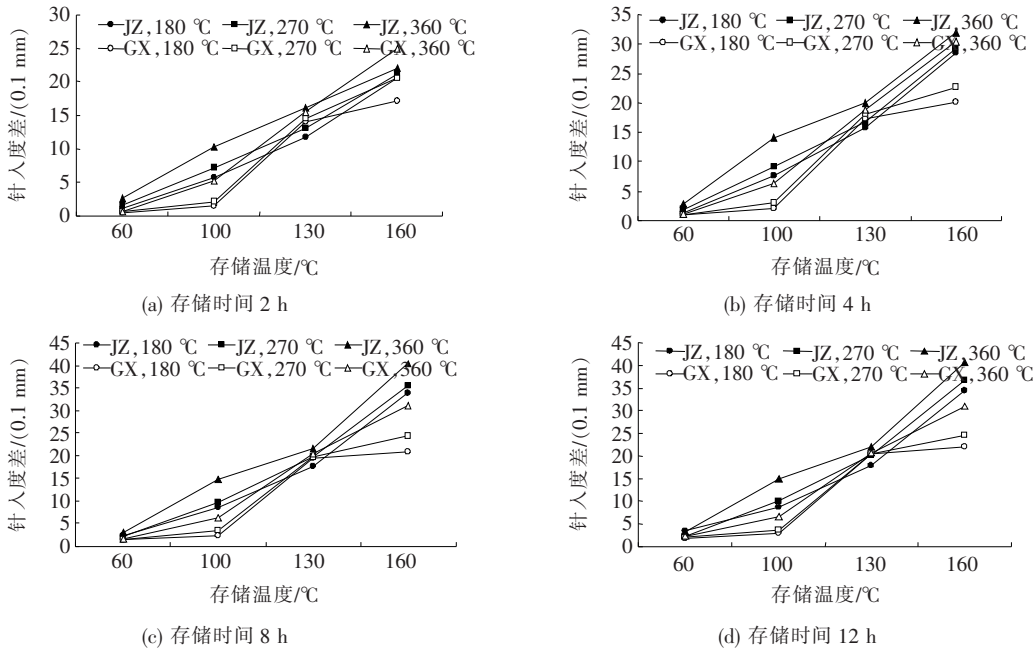
3.2 存储温度的影响

不同存储时间下,各不同老化程度沥青的扩散程度随存储温度的变化趋势如图 2 所示。

由图 2 可以看出:在同一存储时间下,新沥青的扩散现象在存储温度较低(60 ℃)时并不明显,但随着存储温度的不断升高,扩散程度越显著,且老化越严重的沥青,扩散程度受温度影响越大。分析引起上述变化的原因:① 新、旧沥青属于两种不同的材料,它们之间的扩散仍遵循布朗运动原理,受温度影响明显,存储温度越高,分子间的运动越剧烈,扩散程度越显著;② 沥青是一种黏弹性体,随着温度的升高,黏度逐渐减小,沥青由固体状态逐渐向接近流体状态转变,分子间作用力不断减小,对新沥青扩散现象的阻力随之减小,扩散程度显著增加。同时,老化时间越长,老化沥青内轻质组分越少,随着温度的升高,流体状态的新旧沥青间的浓度差越大,扩散程度越显著。

3.3 存储时间的影响

在分析存储时间对不同老化程度沥青扩散特性的



注：图中“JZ”表示基质沥青；“GX”表示改性沥青。

图 2 各存储时间下存储温度对针入度差的影响

影响时,为减少工作量,且使分析结果具有代表性,参考室内试验道路石油沥青的加热温度,选取存储温度为 130 °C 时的试验结果作为分析对象。从表 4 可以看出:在同一存储温度下,随着存储时间的延长,新沥青在老化程度不同的两种沥青扩散后的针入度差值不断变大,但在存储初期的 2~8 h 内,沥青的针入度差增大较快,扩散现象不断加剧;随着时间的延长,扩散现象逐渐减缓,当超过 8 h 后,扩散程度基本保持稳定,变化不大。

出现这种现象的原因在于:存储时间较短时,新旧沥青之间的浓度差最大,分子间的作用频繁,新沥青的扩散程度不断增加。随着存储时间的不断延长,一方面新旧沥青间的浓度差逐渐减小,使扩散动力逐渐减弱;另一方面由于老化沥青中存在粒径较大的分子团,不利于小分子向老化沥青的内部扩散、消耗,不断减弱新沥青中分子扩散的能量。基于上述两方面原因,新沥青向老化沥青中的扩散最终达到稳定状态。

3.4 各影响因素的显著性分析

为合理确定在新旧沥青扩散过程中各影响因素的显著性,以改性沥青为例,采用正交试验方法,以不同老化程度、存储温度和存储时间 3 个单独因素,同时考虑存储温度与存储时间之间可能产生的交互作用,进行试验设计(表 5)。

按照表 5 确定的影响因素,设计了试验方案,并对

各因素影响下的新旧沥青的扩散程度进行试验,针入度指标检测结果见表 6。

在正交试验中,极差值是判断某个因素是否为主要因素的关键指标,主要因素对特征指标影响较大,对应的极差值越大,反之,极差值小的为次要因素。因此,利用极差值的大小来确定每个测试因子的重要性是可能的。而极差值则可通过偏差量(K 值)计算得到,结果见表 7。

表 5 正交试验表头设计

水平	存储温度(W)/°C	存储时间(T)/h	G(W×T)	老化时间(A)/min
1	60	2		0
2	100	4		180
3	130	8		270
4	160	12		360

注:G 为存储温度与存储时间之间可能产生的交叉作用。

由表 7 可得:极差 R 的大小排列顺序为:存储温度>存储时间>老化时间>存储温度×存储时间。这表明存储温度是影响新沥青扩散程度的最主要因素,存储时间次之,存储温度与时间的交互作用和老化时间影响很小,基本可以忽略。由此说明,在利用新沥青对老化沥青进行再生利用时,存储温度和存储时间对再生沥青的影响最为显著,应严格控制。

表 6 不同因素作用下新旧沥青的针入度值

序号	试验因素				针入度值/ (0.1 mm)
	W/ ℃	T/ h	W 与 T 交叉作用	A/ min	
1	60	2	—	0	75.1
2	100	4	—	0	71.2
3	130	8	—	0	69.0
4	160	12	—	0	66.0
5	60	4	—	180	61.2
6	100	2	—	180	54.5
7	130	12	—	180	43.2
8	160	8	—	180	31.0
9	60	8	—	270	65.3
10	100	12	—	270	56.2
11	130	2	—	270	54.9
12	160	4	—	270	42.1
13	60	12	—	360	70.6
14	100	8	—	360	57.2
15	130	4	—	360	52.3
16	160	2	—	360	50.4

表 7 正交试验结果分析

项目	针入度/(0.1 mm)			
	W	T	G(W×T)	A
K1	70.4	68.1	58.7	54.4
K2	47.5	59.8	56.7	56.9
K3	54.6	54.9	55.6	59.2
K4	57.6	47.4	59.0	59.6
极差 R	22.9	20.7	3.4	5.2

4 结论

该文在对扩散评价机理进行简要分析的基础上,进行了新旧沥青扩散试验,借助正交试验法对影响新旧沥青扩散特性的各因素的显著性关系进行研究,得到如下结论:

(1) 通过借鉴再生剂在旧沥青中的扩散效果评价思路,论述了采用针入度进行新旧沥青扩散效果评价的合理性,建立了基于针入度的新旧沥青扩散程度评价模型。

(2) 提出了基于针入度的新旧沥青扩散试验方

法,并对不同老化时间的基质沥青和改性沥青进行了试验,试验结果显示:新沥青在旧沥青中的扩散程度与存储温度、存储时间正相关。

(3) 对新旧沥青扩散特性的影响因素进行分析,结果显示:① 沥青老化时间越长,新沥青扩散程度越大,且基质沥青比 SBS 改性沥青更明显;② 存储温度越高,新沥青的扩散程度越明显,且老化时间越长,扩散程度受温度影响越明显;③ 在存储初期的 2~8 h 内,沥青的针入度差增大较快,扩散现象不断加剧;随着时间的延长,扩散现象逐渐减缓,当超过 8 h 后,扩散程度基本保持稳定,变化不大。

(4) 通过正交试验,研究了新沥青在旧沥青中的扩散特性影响因素的显著性关系,结果为:存储温度>存储时间>老化时间>存储温度×存储时间。

参考文献:

[1] 周浪. 对旧沥青路面再生的研究[J]. 河北化工, 2008 (11).

[2] 杨建明,杨仁教,熊韶峰,等. 旧沥青路面再生研究的现状与工艺[J]. 南华大学学报, 2003(1).

[3] 熊剑平,李杨,喻峥嵘. 厂拌热再生过程中旧沥青转移程度评价方法研究[J]. 筑路机械与施工机械化, 2016(5).

[4] Oliver J W H. Diffusion of Oils in Asphalts[R]. Australian Road Research Board, 1995.

[5] Carpenter SH, Wolosick JR. Modifier Influence in the Characterization of Hotmix Recycled Material[J]. Transp Res Rec, 1980(777).

[6] Ulf Isacsson, Robert Karlsson. Application of FTIR — ATR to Characterization of Bitumen Rejuvenator Diffusion[J]. Journal of Materials in Civil Engineering, 2003, 15(2).

[7] 耿九光. 沥青老化机理及再生技术研究[D]. 长安大学博士学位论文, 2009.

[8] 李胜强. 厂拌热再生沥青混合料路用性能研究[D]. 重庆交通大学硕士学位论文, 2009.

[9] 王凤楼. 新型道路沥青热再生剂的开发与应用研究[D]. 华东理工大学硕士学位论文, 2012.

[10] 王凤楼,王奕鹏,张强,等. 沥青再生剂的再生效果与扩散性能研究[J]. 石化技术与应用, 2012(1).

[11] 丁录玲,黄晓明. 沥青再生剂扩散机理与扩散模拟实验研究[J]. 交通科技, 2009(5).

[12] JTG E20—2011 公路工程沥青及沥青混合料试验规程[S].

[13] 李立寒,张明杰,祁文洋. 老化 SBS 改性沥青再生与机理分析[J]. 长安大学学报(自然科学版), 2017(3).