

高掺量再生沥青混合料黑石表面胶结料膜厚测定方法

刘佳瑶,郝培文,周馨怡,蒋文韬 编译

(长安大学 公路学院,陕西 西安 710064)

摘要:为了测定高掺量再生沥青混合料(RAP)中集料表面胶结料膜厚,将RAP集料、新集料与新胶结料混合并使用电子显微镜和影像分析技术进行分析。环境扫描电子显微镜(ESEM)和X射线光谱仪分析表明,RAP胶结料没有与新胶结料完全混合,而是裹覆于RAP集料上,形成一种层状结构。该结构由一个不与新沥青混合的RAP胶结料内层组成,称为“黑石”。RAP胶结料膜厚是拌和温度、局部集料曲率和集料大小的函数。拌和温度越高,RAP胶结料层越薄。在微观尺度下对RAP胶结料膜厚度进行统计分析,发现胶结料膜厚取决于集料的局部曲率,正曲率处较薄,负曲率处较厚。

关键词:再生沥青;RAP胶结料膜厚;影像分析;电子显微镜;黑石效应

中图分类号:U414

文献标志码:A

再生材料可大大减少再生沥青混凝土中新沥青、新集料等原材料的使用,因此受到越来越多学者和工程师的重视。在当前环境下,沥青混合料中使用再生材料可以带来经济和环境双重效益。然而,含有高比例再生沥青混合料(RAP)的路面与新沥青混凝土路面相比更硬,更脆。按照瑞士标准640431-1C-NA的规定,不允许在重交通道路的面层中使用再生材料,

但允许在联结层和基层使用混合料质量30%~60%的RAP。因此,研究RAP胶结料是否具有活性以及RAP胶结料和新胶结料之间是否发生混合具有重要意义。在混合料设计时,众多学者针对混合料中RAP胶结料的作用做出了多种假设。有研究表明,RAP在新沥青混合料中可能具有活性成分,但如果老化沥青在拌和过程中并没有与新沥青完全混合,则表现为“黑石”。

(2) 通过对4种不同7 mm通过率的级配进行了湿轮磨耗试验、轮辙变形试验和负荷轮黏砂试验,结果表明:在相同油石比下,随7 mm筛孔通过率的降低,级配逐渐增粗,微表处混合料的湿轮磨耗值变小,宽度变形率和车辙深度率变大,黏附砂量变大,说明在其他条件不变时,增大合成级配7 mm筛孔的通过率可以提高微表处混合料的耐磨性,但是会降低其抗车辙性能。

(3) 在4种不同7 mm通过率的级配的最佳油石比下进行了加速加载试验,结果表明:在其他条件不变时,随7 mm筛孔通过率的降低,级配逐渐增粗,微表处混合料的摆值和构造深度下降得越慢,质量损失增长越慢,说明增大合成级配7 mm筛孔的通过率可以提高微表处混合料的长期抗滑性能和长期耐磨性能。

参考文献:

[1] 居浩,黄晓明.微表处混合料性能影响因素研究[J].公路,2007,52(7):212-218.

- [2] 邝坚锋.耐久性微表处混合料室内试验及工程应用研究[D].广州:华南理工大学,2015.
- [3] 王震.基于不同界面接触状态的高性能微表处混合料设计研究[D].兰州:兰州理工大学,2019.
- [4] 李志栋,黄晓明,陈广秀,等.微表处高噪声形成机理及其多支点降噪模型[J].公路交通科技,2012,29(1):1-10.
- [5] 马生顺,李志栋.安静微表处均布型设计法研究[J].公路,2014,59(6):228-232.
- [6] 钟建超,何志勇,姚爱玲,等.低噪微表处混合料矿料级配优化设计[J].公路交通科技,2014,31(6):41-46.
- [7] 张冉.微表处路面噪声机理与减噪技术研究[D].哈尔滨:哈尔滨工业大学,2011.
- [8] 王贵珍.聚酯纤维-橡胶颗粒微表处混合料路用性能与降噪特性[J].新型建筑材料,2019,46(7):139-143,157.
- [9] 李艳青.聚酯纤维-橡胶颗粒微表处混合料路用性能与降噪特性[J].公路工程,2020,45(3):180-188.
- [10] 孔令云,顾韬,林雄伟.基于室内加速加载试验的微表处噪声影响因素[J].科学技术与工程,2019,19(23):259-263.

RAP 与新材料的混合一般是不均匀的。当前, RAP 胶结料与新胶结料的混合主要有 3 种理论, 即完全混合、部分混合和“黑石”理论。完全混合理论认为 RAP 胶结料完全与新混合料共混并成为新混合料的一部分, 而“黑石”理论认为 RAP 胶结料不具有活性, 并且 RAP 中的集料不参与混合, 表现为“黑石”。在大多数混合料设计过程中, 部分混合理论认为 RAP 胶结料具有活性并成为新混合料的一部分, 但与其与新混合料的混合情况取决于 RAP 胶结料的用量。用特定溶剂抽提, 发现 RAP 集料表面有多层胶结料膜, 并在 RAP 颗粒涂层中观察到部分混合。影像分析及显微观察研究表明: 在 RAP 集料表面存在层状体系, 该层状体系由 RAP 胶结料组成内层, 由较软质的新胶结料组成外层, 内层具有比外层更高的复数模量。使用紫外/可见光显微照片和分级溶剂抽提来研究不同温度下制备的混合料的混合情况。结果表明: 只有延长拌和时间, 才能在较低温度下获得较高的混合度, 因此拌和温度是影响混合程度的关键因素。RAP 集料会形成不与混合料中的新集料混合的簇, 在较低的拌和温度(如 140 ℃)下可以观察到 RAP 集料的这种聚集现象。显微镜分析表明: RAP 集料的聚集情况与拌和温度之间存在直接联系。环境扫描电子显微镜(ESEM)与能量色散 X 射线分析(EDX)结合可用于研究如何通过提高拌和温度来减小 RAP 集料上的胶结料膜厚度。传统胶结料膜厚的确定方法是先计算集料的比表面积之和, 再由经验公式计算出胶结料的膜厚值。但是, 影响集料总比表面积计算准确性的因素较多, 且胶结料膜厚计算过程较为复杂, 计算结果误差难以控制。因此, 该文结合显微镜技术和影像分析以解决现有技术中的不足, 并使用精确的方法在微观尺度上测量 RAP 胶结料膜厚。此外, 对不同 RAP 集料表面的不同涂层进行研究, 从而增加对 RAP 胶结料与新沥青之间不完全混合的认识, 实现黑石和活性胶结料的直接可视化, 并通过统计分析在微观尺度上建立拌和温度、集料涂层和 RAP 胶结料膜厚之间的联系。

1 材料

抽提得到的旧沥青针入度为 26(0.1 mm), 新沥青(70/100)针入度为 82(0.1 mm)。在该文研究中, 使用 50% 的 RAP 集料和 50% 的新集料, 其级配如表 1 所示。临界筛孔确定为 4 mm, 以便使用显微技术更清晰地检测 RAP 颗粒, 从而测量 RAP 胶结料膜厚。研

究中使用了 8 个标准马歇尔试件。根据瑞士标准(SN 630 431-1C), 混合料中新沥青用量为 5%。

表 1 50%新集料和 50%RAP 集料的级配组成

集料	孔径/mm	通过率/%
新集料	16	100
	8	94.80
	4	68.20
RAP 集料	2	47.90
	1	32.26
	0.5	21.90
	0.063	16.60

2 方法

拌和温度设定为: 140、160 和 180 ℃, 相应拌和温度下的试件分别称为 A140、A160 和 A180。对所有试件重复下列步骤:

(1) 将新集料洗净、烘干、过筛后, 置于 180 ℃ 的烘箱中 3 h。将 RAP 集料过筛后, 置于 135 ℃ 的烘箱中 1 h。

(2) 将 1.5 kg 的 RAP 集料和新集料在直径为 20 cm 的金属容器中手动搅拌 1 min, 随后在 140、160 和 180 ℃ 的烘箱中加热 30 min。同时, 将新沥青放入 130 ℃ 的烘箱中加热 1 h, 用平均粒径为 2 μm 的二氧化钛做示踪剂, 等量替换矿粉, 其质量为 45 g。将新沥青加入到热混合料中并手动搅拌 2 min。操作者应尽量均匀搅拌, 以使所有新集料和 RAP 集料被新沥青裹覆。

(3) 将含有 RAP 集料、新集料和新沥青的混合料在规定的拌和温度下加热 1.5 h, 每 30 min 手动搅拌一次, 制备 8 个标准马歇尔试件。

从马歇尔试件中央切割下约 28 mm×47 mm×10 mm 的样品。为了避免在试件抛光过程中掉粒, 用环氧树脂 Araldit BY158 和 Aradur 21 浸渍样品, 然后用不同的砂纸进行抛光。各阶段样品如图 1 所示。

2.1 显微镜技术

用 Phillips ESEM-FEG XL30 进行 ESEM 试验。试验选择在低真空模式下进行, 以防止外界的干扰。测量时, 上部惰性气体吹扫(IGP)压力为 1.4×10^{-7} Pa, 下部为 1.7×10^{-5} Pa。样品室压力为 5.4×10^{-7} Pa。环境气氛为超纯水蒸气。发射电流为 0.308

A,加速电压为 30 kV。

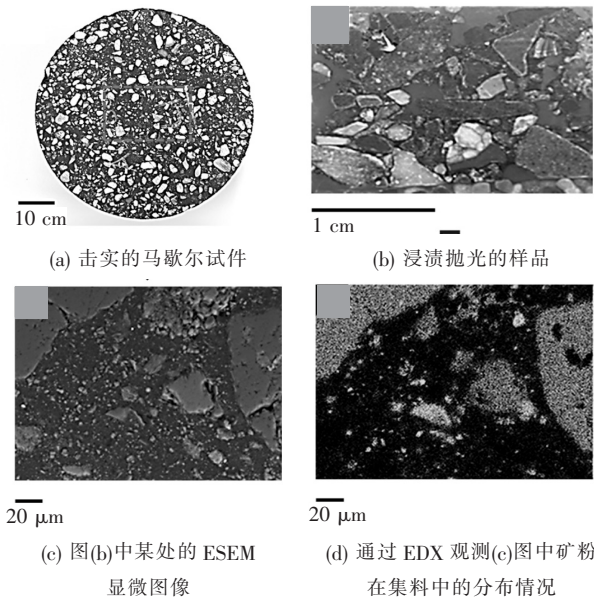


图 1 各阶段样品图像

2.2 影像分析

图 2 为采用背散射电子 (BSE) 采集模式通过 ESEM 显微镜从 A160 试件获得的样品表面。这种方法可以识别 RAP 集料和新集料。如前所述,由于选择了 4 mm 的临界筛孔,因此可以直观地观测到 RAP 集料。

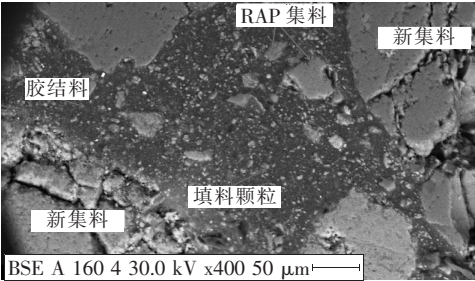


图 2 A160 试件的环境扫描电镜图

RAP 集料具有“洋葱结构”,该结构由包裹着一层硬质胶结料 (RAP 胶结料) 的 RAP 集料构成,如图 3 所示。该文研究提出了新的影像分析技术,以期对黑石结构进行进一步认识。

为了研究混合料中的这种复合材料,进行了 EDX 分析。将二氧化钛作为新沥青中的示踪剂,通过其覆盖图像和 BSE 采集的集料图像来研究黑石是否存在。通过观察发现,由于 RAP 集料中存在层状结构,因此在 RAP 集料周围有无钛分布的薄膜 (呈黑色),如图 4 所示。

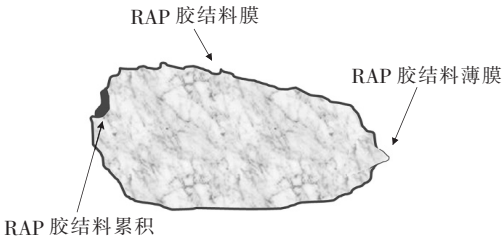
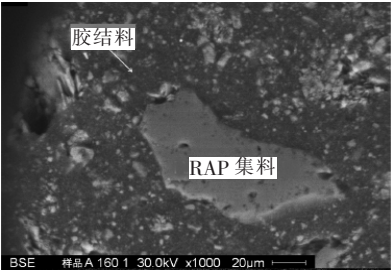
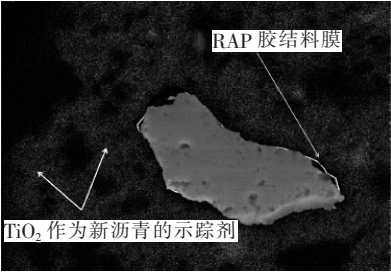


图 3 RAP 集料的“洋葱结构”



(a) BSE 图像



(b) EDX 图像

图 4 A160 样品中 RAP 集料

Autocad 可实现 RAP 胶结料膜厚的精确测量。对每个集料选择 12 个点,在显微镜下分析 4 种不同直径的集料。使用 Feret 直径作为表征 RAP 集料几何特征的一个特征参数。Feret 直径为一个随机取向的粒子图像相对两侧的平行切线之间的距离。最大 Feret 直径适用于描述粒子在静止状态下,最稳定位置的投影宽度。粒子的长度可定义为在投影中垂直于宽度的两条切线之间的距离,如图 5 所示。

对于每个 RAP 集料,找到最大的 Feret 直径,并以此为直径画出相应的圆。为了获得更精确的测量结果,将各圆等分为 12 份,并测量各部分相应的胶结料膜厚。图像的分析处理结果见图 6。

3 结果与讨论

3.1 统计分析

每个拌和温度下都测量了 4 种不同的 RAP 集料

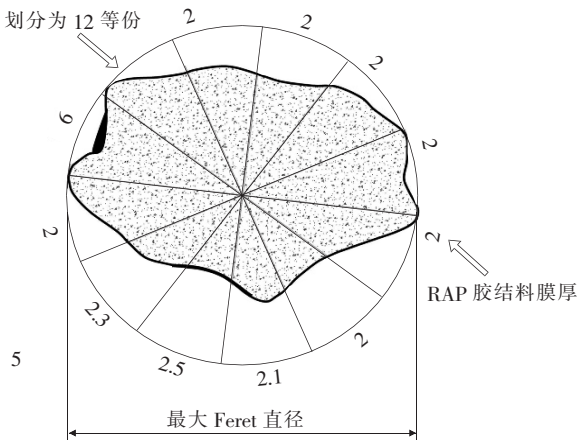
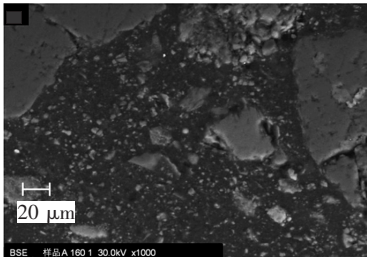
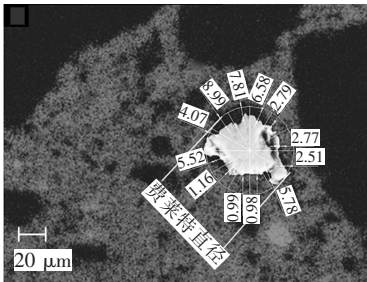


图 5 集料的最大 Feret 直径及其相应圆(单位: μm)



(a) RAP 集料的 BSE 图像



(b) 导入 Autocad 的 EDX 图像

图 6 图像分析处理结果

的膜厚。胶结料膜厚及其频率的函数关系如图 7 所示。从图 7 可以看出:在 140 $^{\circ}\text{C}$ 下拌制的 A140 样品中沥青膜厚为 1.5~6 μm ,相对较厚。在 160 $^{\circ}\text{C}$ 下拌制的 A160 样品膜厚为 2.5~4.5 μm 。A180 样品的 RAP 胶结料膜厚小于其他两个样品,为 1.5~3 μm 。值得注意的是,频率分布图显示 A180 样品中 RAP 胶结料膜厚的均值为 2 μm ,低于其他两个样品(4~6 μm),且极值也低于其他样品。该结果表明:较高的拌和温度可以降低 RAP 胶结料的膜厚值,从而使 RAP 胶结料与新胶结料之间有更好的混合度。试验过程中未发现 RAP 胶结料膜厚与集料大小之间有显著的相关性。通过改变集料直径可以观察到微小的差异,其中 A140 样品的变化最为明显,而 A180 样品的变化趋

势最不明显。结果表明:拌和温度和表面结构可以影响 RAP 胶结料与新胶结料的混合。此外,RAP 胶结料会在较小的集料表面形成较厚的膜,反之,在较大的集料表面形成较薄的膜。但是,A180 样品中的集料并未严格遵循这一规律,这是由于 180 $^{\circ}\text{C}$ 的拌和温度往往会减小 RAP 胶结料膜的厚度。较高的拌和温度会使 RAP 胶结料和新胶结料之间有较好的混合度,但这也可能导致胶结料的老化。

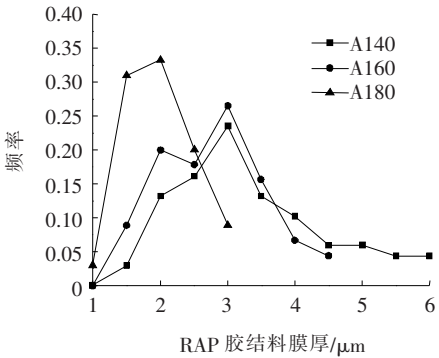


图 7 频率分布图

3.2 集料表面局部曲率分析

不同来源的再生集料性能方面可能会有很大差异,优质的再生集料性能可达到与相应的天然集料同一水平。在研究中,通过微观尺度评估了 RAP 胶结料膜沿集料表面的局部变化情况,并计算了圆周上各部分相应的局部曲率。拌和温度仅影响 RAP 集料周围的 RAP 胶结料,但对集料的局部曲率没有影响。

如图 8 所示,沿集料边界选取一个点后,如果该点处的表面向远离集料质心的方向弯曲,则此处表面曲率相对于质心为正,反之为负;如果该点处表面较平直,则为零曲率。如图 9 所示,RAP 胶结料膜沿 RAP 集料表面呈几何凹凸分布。

由图 9 可得,在集料的负局部曲率处,由于 RAP 胶结料易在凹面处积聚,该区域内胶结料膜较厚。在零局部曲率处,由于 RAP 胶结料无法在此处积聚,该处胶结料膜变薄。图像分析显示:在负曲率处 RAP 胶结料膜最厚,在正曲率处最薄。RAP 胶结料膜一局局部曲率曲线由两条渐近线确定,用来表征达到稳态值的膜厚。选择其中一条渐近线,假定胶结料膜具有与局部负曲率相关的最大值。但是,在负局部曲率轴上,受胶结料用量、RAP 胶结料的黏度以及凹面尺寸等因素的影响,曲线的走向并不是唯一的。拌和温度是通过影响胶结料自身黏度进而影响各集料的涂覆程度的一个参数。如图 10 所示,由集料表面的不均匀性可假

设不仅存在所谓的“黑石效应”,而且存在一种“局部黑石效应”,这种效应可以上升到集料表面的负局部曲率区域,而对于正局部曲率区域,RAP 胶结料更具有活性。

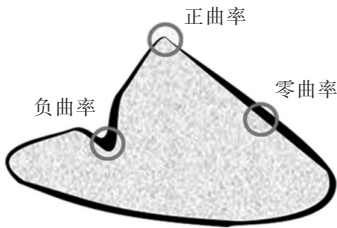


图 8 局部集料表面曲率

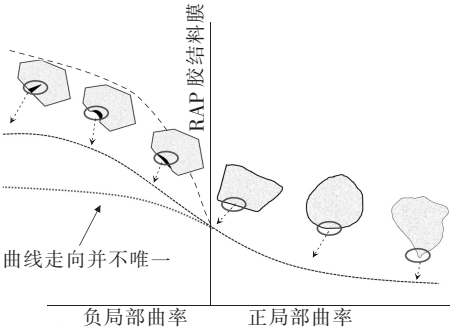


图 9 RAP 胶结料膜与局部曲率的变化曲线

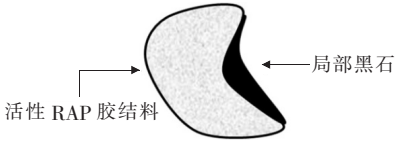


图 10 “局部黑石结构”

如前所述,影像分析是研究集料表面的重要工具。如图 11 所示,对于每个样品,测量 12 个局部曲率并将其与相应的膜厚建立联系。在负局部曲率与其相应的 RAP 胶结料膜之间存在一个总体趋势:随着负曲率的增大,局部胶结料膜增厚。其原因在于:较小的局部曲率或较大的局部半径处 RAP 集料表面较平整,从而减少了 RAP 胶结料的累积。然而,当负局部曲率较大时,RAP 胶结料极易在凹面处积聚,从而使 RAP 胶结料膜变厚,集料的这些凹面阻碍了 RAP 胶结料和新胶结料之间的完全混合。相反,较平滑的 RAP 集料表面会形成较薄的 RAP 胶结料膜,这是由于 RAP 胶结料和新胶结料之间的共混程度更好。从图 11 可

以看出:即使在局部,拌和温度为 180 ℃ 的 RAP 胶结料膜厚值仍比其他两种拌和温度下小,从而证实了先前的结果。集料表面局部曲率的变化表明:在微观尺度上 RAP 集料表面存在不均匀性,并对共混产生影响。即使集料在搅拌设备中被压碎,微观几何形貌的不均匀性也可能导致 RAP 胶结料和新胶结料之间的混合程度不佳,从而影响整个混合料的力学性能。

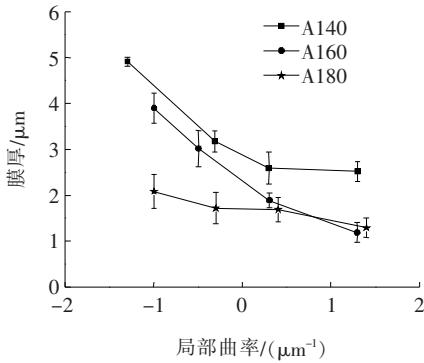


图 11 RAP 胶结料膜厚随局部曲率的变化趋势

4 结语

通过质量相等的再生沥青路面(RAP)集料和新集料与新沥青拌和而成的混合料,研究了 RAP 胶结料在新胶结料中的移动状况,并测量了 RAP 集料周围的 RAP 胶结料的膜厚。结果表明:拌和温度和集料表面的局部曲率是影响 RAP 胶结料膜厚的关键因素。在所有样品中,所检测的 RAP 集料均具有 RAP 胶结料薄膜,表明存在一定程度的“黑石效应”。拌和温度较高时,样品的 RAP 胶结料膜的平均厚度比拌和温度较低的样品小。负局部曲率处 RAP 胶结料膜较厚,而在正局部曲率和表面平滑区 RAP 胶结料膜较薄,即 RAP 胶结料膜厚受拌和温度、RAP 集料的几何特征和表面结构等因素影响显著。

——编译自: Maria Chiara Cavalli, Manfred N. Partl, Lily D. Poulikakos. Measuring the Binder Film Residues on Black Rock in Mixtures with High Amounts of Reclaimed Asphalt[J]. Journal of Cleaner Production, 2017, 149: 665—672.