

基于正交试验分析影响乳化沥青性能的敏感因素

徐永丽, 孙思达, 赵启睿

(东北林业大学 土木工程学院, 黑龙江 哈尔滨 150040)

摘要:通过室内预试验确定剪切乳化搅拌机的最佳参数。采用正交试验法分析沥青加热温度、乳化剂掺量及皂液 pH 值对乳化效果的影响,并进行多重统计学分析,分别以极差和标准化系数作为评价指标的影响因素,采用多元线性回归对试验数据进行分析,确定制备乳化沥青各环节中影响其性能的最敏感因素,并确定乳化沥青制备的最佳方案。对其进行乳化沥青性能测试,试验结果表明各指标均满足规范要求。

关键词:乳化沥青; 制备工艺; 正交试验设计; 多元线性回归; 敏感性因素; 沥青加热温度

中图分类号: U414 文献标志码: A

乳化沥青是黏稠石油沥青在外界条件作用下形成微滴、分散且通过乳化剂—稳定剂的作用形成的均匀稳定乳状液。确定高性能乳化沥青的制备工艺,以及不同影响因素间的相对关系具有重要意义^[1]。

丛培良等^[2]通过复配乳化剂制备出储存稳定性良好的高浓度乳化沥青,并基于极差分析确定了影响蒸发残留物的显著因素及制备方案;王红等^[3]利用乳化沥青的物性与储存稳定性的关系,调节工艺条件得到储存稳定性较好的改性乳化沥青;王燕婷等^[4]确定适用于北方寒冷地区气候特性的 SBS 改性乳化沥青的最佳制备方案;Pi Yuhui 等^[5]在分析乳化沥青用于冷再生的基础上,评估所设计混合物的主要技术性能;宋颖^[6]确定乳化沥青生产的控制要点及分析优越性;孟媛等^[7]通过乳液不稳定形式,分析并确定了影响储存稳定性的不利因素;魏永锋等^[8]确定出阳离子乳化沥青在水中的渗透性能以及浸出动力学函数;徐景翠等^[9]确定乳化剂是乳化沥青研究和生产中的控制关键;弓锐等^[10]提出高速剪切机最佳加工工艺;孔令云等^[11]确定碱性集料更容易加速阳离子乳化沥青的破乳速度;杜江涛^[12]采用非离子乳化剂制备高浓度乳化沥青,减少其他因素对乳化沥青残留物性能的影响。现有研究主要对乳化沥青制备过程中涉及的性能指标以及技术条件划定范围。

制备乳化沥青过程中,存在制备工艺的问题,剪切机运转速率影响乳化沥青性质不稳定,剪切时间影响沥青与水充分混合不稳定,极易造成乳化沥青体系不稳定并导致破乳,通过室内预试验制备乳化沥青确定

制备工艺。并比对影响因素的正交设计极差分析与多元线性回归结果,确定影响乳化沥青性能的最敏感因素及最佳制备方案。

1 仪器及材料

乳化沥青制备仪器采用 JDJ300—D—I 型剪切乳化搅拌机;沥青为 90[#] 沥青;乳化剂采用十六烷基三甲基氯化铵,浓度为 70%;稳定剂采用无水氯化钙,无水氯化钙含量≥96%。基质沥青性能指标、乳化剂技术指标和稳定剂技术条件如表 1~3 所示。

表 1 基质沥青性能指标

项目	单位	试验结果	规范值	
针入度(25 ℃, 5 s, 100 g)	0.1 mm	87.0	80~100	
软化点	℃	46.0	≥45	
10 ℃延度	cm	>100	≥45	
15 ℃延度	cm	>100	≥100	
黏度(60 ℃)	Pa • s	160.0	≥160	
密度(15 ℃)	g/cm ³	1.020	实测	
闪点(COC)	℃	255.0	≥245	
蜡含量(蒸馏法)	%	1.8	≤2.2	
溶解度(三氯乙烯)	%	99.80	≥99.5	
化学组分	饱和分	%	16.56	—
	芳香分	%	49.36	—
	胶质	%	24.49	—
	沥青质	%	9.59	—

表 2 十六烷基三甲基氯化铵物化参数

项目	单位	检验结果	检验标准
外观(25℃)		合格	白色膏体
活性物含量	%	69.9	70±2.0
游离胺含量	%	0.8	≤2.0
pH 值(25℃,1%水溶液)		6.8	6.0~8.0

表 3 无水氯化钙技术指标

稳定剂成分	含量/%	稳定剂成分	含量/%
砷(As)	0.000 3	硝酸盐	合格
钡(Ba)	合格	重金属	0.004 0
锌	0.020 0	游离碱	0.030 0
铁	0.001 0	镁及碱金属	0.300 0
硫酸盐	0.020 0	不溶物及氢氧	0.015 0
磷酸盐	0.033 0	化铵沉淀物	

2 乳化沥青制备过程参数

制备乳化沥青所用仪器为 JRJ300—D—1 型剪切乳化搅拌机,在进行影响乳化沥青性能的敏感因素分析前,需要通过室内预试验确定制备基本参数。

2.1 乳化沥青剪切机工作档位确定

根据经验,选择剪切机工作档位为 4 档位、6 档位、8 档位,各档位参数见表 4,分别制备乳化沥青并观察其颜色、均匀程度等表观性能。通过试验确定工作档位在 6 档位时,乳化沥青均匀性良好且呈棕褐色,乳化完全且泡沫较少,室温静置后更为均匀稳定。

表 4 剪切乳化搅拌机档位参数

型号	转速/(r·min ⁻¹)			输出功 率/V	使用电源
	4 挡	6 挡	8 挡		
JRJ300— D—1	1 900	2 850	3 850	300	AC 220 V 50 Hz

2.2 乳化沥青剪切机工作时间确定

剪切机工作时间通常为 10 min 左右,选择工作时间分别为 10、14、18 min。通过试验确定工作时间在 14 min 时,乳化沥青均匀性良好且呈棕褐色,乳化完全且泡沫较少,室温静置后更均匀稳定。

2.3 乳化沥青室温静置搅拌时间确定

乳化沥青应在制备完成后的 30 min 内及时进行搅拌冷却,选择搅拌时间分别为 20、30、40 min。通过

试验确定搅拌时间为 30 min 时,乳化沥青均匀性良好且呈棕褐色,乳化完全且泡沫较少,室温静置后更为均匀稳定。

按乳化剪切机的最佳工作档位、最佳工作时间及乳化沥青成品室温冷却下最佳搅拌时间制备的乳化沥青,静置 5 d 后仍具有较好的稳定性、均匀性、流动性且底部无沉淀。确定出最佳制备工艺。

3 基于正交试验的影响因素分析

3.1 正交试验设计

正交试验依据正交表制定与乳化沥青性能关联的 3 个试验影响因素,每个试验影响因素设置 3 个水平。沥青加热温度为因素 A,乳化剂掺量为因素 B,皂液 pH 值为因素 C。沥青加热温度依次为 130、140、150℃;乳化剂掺量依次为 2.0%、2.2%、2.4%;调节皂液 pH 值为 5~7。其他影响因素,如稳定剂掺量等控制为定值,无水氯化钙掺量为乳化沥青整体质量的 0.5%。皂液温度和固含量也有一定的影响,此次试验设计没有针对性选择这二者为变量,而是依据常规工程应用采用了固含量为 62%、皂液温度为 60℃的常量。确定乳化沥青制备试验方案如表 5 所示。根据试验方案制备乳化沥青完成后,选择在配有排风通道的试验环境内,采用蒸发法获取沥青残留物,确定沥青加热温度、乳化剂掺量及皂液 pH 值对乳化沥青及其蒸发残留物性能的影响。

表 5 制备试验方案

试验编号	影响因素		
	沥青加热温度 (A)/℃	乳化剂掺量 (B)/%	皂液 pH 值 (C)
1	130	2.0	7
2	130	2.2	5
3	130	2.4	6
4	140	2.2	7
5	140	2.4	5
6	140	2.0	6
7	150	2.4	7
8	150	2.0	5
9	150	2.2	6

3.2 试验及试验数据

依据规范及各指标所反映性质选定 3 个评定乳化

沥青蒸发残留物性能的指标:25℃针入度、15℃延度及1d储存稳定性。首先进行25℃针入度试验,试样静置1.5h并水浴加热1.5h后,发现不同加热温度下针入度试样表面有明显差异,试样3表面不平整且存在大量细小气泡,故针入度试验过程中应考虑气泡对针入度造成偏大的结果;进行15℃延度试验,确定各试样的延度试验结果均在150cm以上,故不考虑15℃延度下的最佳制备方案;继而进行1d储存稳定性试验,根据规范要求进行两组试验并求均值。25℃针入度与1d储存稳定性数据如表6所示。乳化沥青制备优选方案如表7所示。

表6 25℃针入度与1d储存稳定性试验结果		
试验编号	25℃针入度/(0.1mm)	1d储存稳定性/%
1	68.8	1.80
2	82.5	1.10
3	81.6	1.20
4	78.3	0.35
5	100.7	0.80
6	125.4	0.25
7	178.8	0.80
8	135.4	0.90
9	134.9	0.65

表7 乳化沥青制备优选方案						
项目	25℃针入度/(0.1mm)			1d储存稳定性/%		
	沥青加热温度(A)	乳化剂掺量(B)	皂液pH值(C)	沥青加热温度(A)	乳化剂掺量(B)	皂液pH值(C)
m1	77.63	109.87	106.20	1.37	0.98	0.93
m2	101.47	98.57	113.97	0.47	0.70	0.70
m3	149.70	120.37	108.63	0.78	0.93	0.98
极差R	72.07	21.80	7.77	0.90	0.28	0.28

考虑到m行分别为不同水平下求和后的均值,根据正交表均匀性和代表性的特点,可将其看作控制变量后,单影响因素对乳化沥青蒸发残留物性能指标影响的结果。最终根据表7确定不同水平下沥青加热温度、乳化剂掺量及皂液pH值下,25℃针入度以及1d储存稳定性的折线柱状图(图1~6),从而使沥青加热温度、皂液PH值、乳化剂掺量与乳化沥青蒸发残留物性能指标之间的关系更为直观。

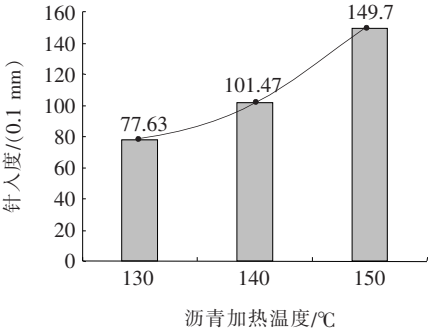


图1 沥青加热温度—针入度关系

图1表明:沥青加热温度与乳化沥青蒸发残留物的25℃针入度呈正相关关系。当沥青加热温度从130℃增加至140℃时,针入度增加23.84(0.1mm),增长幅度约为30.7%;当沥青加热温度从140℃增加

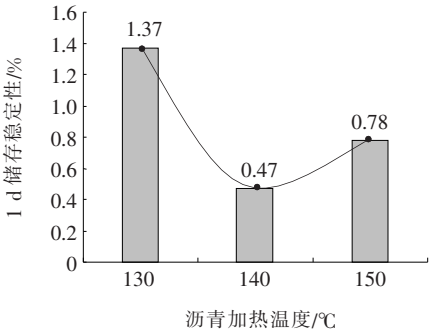


图2 沥青加热温度—1d储存稳定性关系

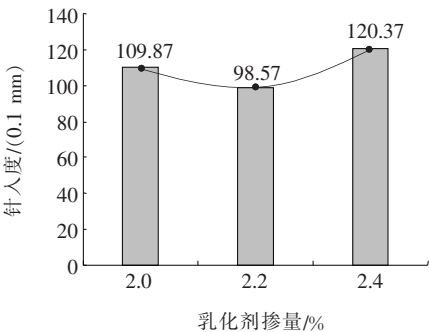


图3 乳化剂掺量—针入度关系

至150℃时,针入度增加48.23(0.1mm),增长幅度约为47.5%。图2表明:乳化沥青的1d储存稳定性

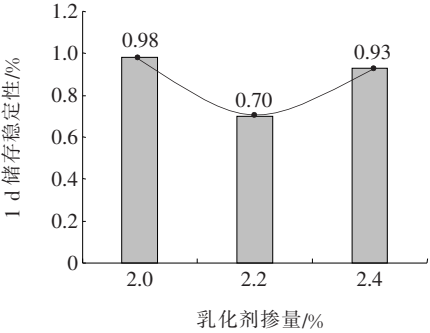


图 4 乳化剂掺量—1 d 储存稳定性关系

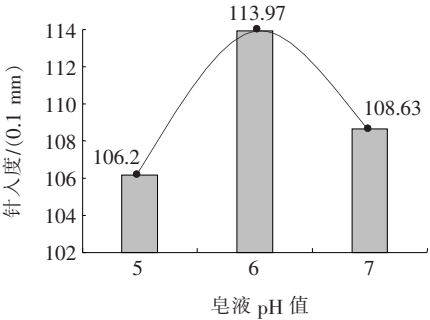


图 5 皂液 pH 值—针入度关系

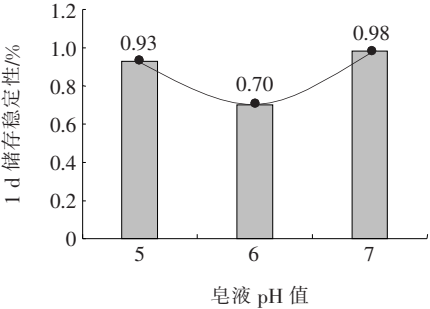


图 6 皂液 pH 值—1 d 储存稳定性关系

随着沥青加热温度的增加,呈现出先降低后增加的趋势。当沥青加热温度从 130 ℃增加至 140 ℃时,1 d 储存稳定性减少 0.9%,降低幅度为 65.7%;当沥青加热温度从 140 ℃增加至 150 ℃时,1 d 储存稳定性增加 0.31%,增长幅度为 66.0%。

图 3 表明:乳化沥青蒸发残留物的 25 ℃针入度随着乳化剂掺量的增加,呈现出先小幅减小后增加的趋势。当乳化剂掺量从 2.0%增加至 2.2%,针入度减少 11.3(0.1 mm),降低幅度为 10.3%;当乳化剂掺量从 2.2%增加至 2.4%,针入度值增加 21.8(0.1 mm),增长幅度为 22.1%。图 4 表明:乳化沥青 1 d 储存稳定性随着乳化剂掺量的增加,呈现出先降低后增加的趋势。当乳化剂掺量从 2.0%增加至 2.2%,1 d 储存稳

定性减少 0.28%,降低幅度为 28.6%;当乳化剂掺量从 2.2%增加至 2.4%,1 d 储存稳定性增加 0.23%,增长幅度为 32.9%。

图 5 表明:乳化沥青蒸发残留物的 25 ℃针入度随着皂液 pH 值的增加,呈现出先增加后降低的趋势。当皂液 pH 值由 5 增加至 6 时,针入度增加 7.77(0.1 mm),增长幅度为 7.3%;当皂液 pH 值由 6 增加至 7 时,针入度降低 5.34(0.1 mm),减小幅度为 4.7%。图 6 表明:乳化沥青的 1 d 储存稳定性随着皂液 pH 值的增加,呈现出先降低后增加的趋势。当皂液 pH 值由 5 增加至 6 时,1 d 储存稳定性减少 0.23%,降低幅度为 21.4%;当皂液 pH 值由 6 增至 7 时,1 d 储存稳定性增加 0.28%,增长幅度为 40%。

3.3 正交试验极差分析

根据表 7 针入度试验结果,不同影响因素下的极差顺序为 A>B>C,表示沥青加热温度对乳化沥青蒸发残留物针入度影响最大,乳化剂掺量次之,皂液 pH 值影响最小。根据针入度小值强度高,软化温度高,故以针入度最小值作为最佳制备方案评定标准,确定最佳制备方案:沥青加热温度为 130 ℃、乳化剂掺量为 2.2%、皂液 pH 值为 5;据表 7 的 1 d 储存稳定性试验结果,不同影响因素下的极差顺序为 A>B=C,表示沥青加热温度对乳化沥青蒸发残留物 1 d 储存稳定性影响最大,乳化剂掺量与皂液 pH 值对 1 d 储存稳定性影响均相对较小。以 1 d 储存稳定性小值为最佳制备方案评定标准,确定最佳制备方案:沥青加热温度为 140 ℃、乳化剂掺量为 2.2%、皂液 pH 值为 6。

综合 25 ℃针入度与 1 d 储存稳定性试验结果,确定沥青加热温度为最敏感因素,对乳化沥青蒸发残留物性能影响最大,皂液 pH 值与乳化剂掺量对其影响均相对较小。

3.4 多元线性回归系数分析

基于正交试验以极差评判不同影响因素的影响过于单一,且准确度无法有效保证,而多元线性回归分析既能明确各影响因素对指标的影响,又可判断试验误差。故对蒸发残留物 25 ℃针入度、1 d 储存稳定性与各自变量(沥青加热温度、乳化剂掺量及皂液 pH 值)进行影响因素多元线性回归分析,有利于对结果解释和工艺条件的优化,较之极差分析更为明显和可靠。分析数据如表 8 所示,分析结果如表 9 所示。

比较乳化沥青蒸发残留物 25 ℃针入度的线性回归系数,沥青加热温度、乳化剂掺量、皂液 pH 值与 25 ℃针入度值均呈正相关关系。确定沥青加热温度是影

表 8 多元线性回归分析

试验 编号	沥青加热 温度/℃	乳化剂 掺量/%	皂液 pH 值	25 ℃ 针入度/ (0.1 mm)	1 d 储存 稳定性/%
1	130	2.0	7	68.8	1.80
2	130	2.2	5	82.5	1.10
3	130	2.4	6	81.6	1.20
4	140	2.2	7	78.3	0.35
5	140	2.4	5	100.7	0.80
6	140	2.0	6	125.4	0.25
7	150	2.4	7	178.8	0.80
8	150	2.0	5	135.4	0.90
9	150	2.2	6	134.9	0.65

表 9 25 ℃ 针入度、1 d 储存稳定性(因变量)线性回归系数

模型	25 ℃ 针入度					1 d 储存稳定性				
	非标准化系数		标准化系数	t	显著性	非标准化系数		标准化系数	t	显著性
	B	标准误差				B	标准误差			
1(常量)	—459.917	175.790		—2.616	0.047	5.081	3.797		1.338	0.238
沥青加热温度	3.603	0.935	0.858	3.855	0.012	—0.029	0.020	—0.542	—1.445	0.208
乳化剂掺量	26.250	46.738	0.125	0.562	0.599	—0.125	1.009	—0.046	—0.124	0.906
皂液 pH 值	1.217	9.348	0.029	0.130	0.902	0.025	0.202	0.046	0.124	0.906

3.5 影响因素正交试验与多元线性回归结果对比

无论采用何种数据处理方式得到的影响乳化沥青性能的最敏感因素,都应对各方式分析结果和评价指标的权重综合考虑,以确定一个合理可靠的目标敏感因素。故进行影响因素多元线性回归与正交试验结果对比分析。

为更为形象地展示正交试验的极差分析与多元线性回归分析的差异性,根据表 9 中多元线性回归标准化系数,首先进行归一化处理,所得结果见表 10。

表 10 正交试验极差与标准化系数归一处理

乳化因素	25 ℃ 针入度/%		1 d 储存稳定性/%	
	极差	标准化系数	极差	标准化系数
沥青加热温度	70.91	84.78	61.64	85.48
乳化剂掺量	21.45	12.35	19.18	7.26
皂液 pH 值	7.64	2.87	19.18	7.26

由表 10 可以看出:

(1) 沥青加热温度对乳化沥青蒸发残留物 25 ℃

响蒸发残留物针入度的首要因素,且影响因素排序与正交试验结果一致。根据表 9 显著性数据可知,仅有沥青加热温度的显著性小于 0.05,即沥青加热温度对于乳化沥青蒸发残留物的 25 ℃ 针入度值具有显著性影响。

比较乳化沥青 1 d 储存稳定性的线性回归系数,沥青加热温度、乳化剂掺量与 1 d 储存稳定性值均呈负相关关系,皂液 pH 值与 1 d 储存稳定性值呈正相关关系。确定沥青加热温度是影响乳化沥青 1 d 储存稳定性的首要因素,且影响因素排序与正交试验中结果一致。据表 9 显著性数据可得,影响因素显著性均大于 0.05,即 3 个因素对乳化沥青 1 d 储存稳定性影响均不够显著。

针入度影响最大;乳化剂掺量次之;皂液 pH 值对针入度影响最小。据多元线性回归分析,沥青加热温度对乳化沥青蒸发残留物 25 ℃ 针入度影响最大;乳化剂掺量次之;皂液 pH 值对针入度值影响最小。

(2) 沥青加热温度对乳化沥青 1 d 储存稳定性影响最大;乳化剂掺量与皂液 pH 值对针入度影响最小。据多元线性回归分析,沥青加热温度对乳化沥青蒸发残留物 1 d 储存稳定性影响最大;乳化剂掺量与皂液 pH 值对针入度影响最小。

从影响因素对乳化沥青及其蒸发残留物的性能影响强弱来看,多元线性回归分析与正交试验中结果一致,确定最敏感因素为沥青加热温度,体现基于正交试验确定乳化沥青性能的敏感因素具有科学性。考虑到针入度试验中 130 ℃ 下的试样表面不够均匀,且有大量气泡而干扰试验结果,最终依据 1 d 储存稳定性、影响因素强弱关系及正交试验确定最佳制备方案:沥青加热温度为 140 ℃、乳化剂掺量为 2.2%、皂液 pH 值为 6。按照最佳方案制备乳化沥青并进行性能测定,结果如表 11 所示,各项性能指标符合规范规定值。

表 11 最佳制备方案下乳化沥青性质

试验测定项目		单位	试验结果	质量规定值
破乳速度			中裂	慢裂或中裂
粒子电荷			阳离子(+)	阳离子(+)
筛上残留物		%	0.01	≤0.1
黏度	恩格拉黏度计法 E_{25}		—	2~30
	25℃赛波特黏度 V	Pa·s	—	7~100
残留物含量		%	56.4	≥55
溶解度(三氯乙烯)		%	98.7	≥97.5
蒸发残留物	针入度(25℃,5 s,100 g) 0.1 mm		100.4	50~300
	延度(15℃)	m	>150	≥40
与粗集料黏附性,裹附面积			合格	≥2/3
与粗、细粒式集料拌和试验			合格	均匀
常温储存稳定性	1 d	%	0.6	≤1
	5 d	%	—	≤5

4 结论

(1) 正交试验与多元线性回归分析比对结果一致,确定沥青加热温度对蒸发残留物性能影响效果最大,皂液 pH 值与乳化剂掺量对其影响均相对较小。

(2) 分析乳化剂掺量、皂液 pH 值以及生产时沥青加热温度在制备乳化沥青各环节中影响其性能的最敏感因素,最终确定适用于北方寒冷地区气候特性的最佳乳化方案为:沥青加热温度为 140℃、乳化剂掺量为 2.2%、皂液 pH 值为 6.0。

(3) 采用最佳乳化方案制备乳化沥青并对其进行乳化沥青性能测试,试验结果表明各指标均满足规范要求。

参考文献:

[1] 侯彦明,李国芬,李志刚.水泥乳化沥青稳定碎石劈裂强度试验研究[J].森林工程,2011,27(5):68—70.

[2] 丛培良,崔小攀,刘建飞,等.高浓度乳化沥青的研制及其性能影响因素[J].新型建筑材料,2013,40(12):74—76,79.

[3] 王红,王子军,王翠红,等.SBS 改性乳化沥青储存稳定性

研究[J].石油学报(石油加工),2013,29(6):1 009—1 014.

[4] 王燕婷,董元帅,侯芸,等.SBS 改性乳化沥青最佳乳化因素及性能研究[J].中外公路,2018,38(6):238—242.

[5] PI Yuhui, HUANG Zhe, PI Yingxing, et al. Composition Design and Performance Evaluation of Emulsified Asphalt Cold Recycled Mixtures[J]. Materials (Basel, Switzerland), 2019, 12(17):2 682.

[6] 宋颖,闫丽娟.乳化沥青生产要点控制及优越性解析[J].技术与市场,2014,21(4):151,153.

[7] 孟媛,董承静.乳化沥青储存稳定性影响因素分析[J].石油沥青,2015,29(3):31—34.

[8] 魏永锋,王振军,张星宇.阳离子乳化沥青渗透性能及水中浸出动力学研究[J].公路交通科技(应用技术版),2015,11(8):26—30.

[9] 徐景翠,徐鹏,弓锐.基于正交试验设计方法的乳化沥青生产配比优化研究[J].石油沥青,2015,29(5):32—37.

[10] 弓锐,弥海晨.高速剪切机制备乳化沥青的试验研究[J].筑路机械与施工机械化,2016,33(7):41—44.

[11] 孔令云,唐樊龙,徐燕,等.集料酸碱性对乳化沥青破乳速度影响[J].公路交通科技,2016,33(10):1—6.

[12] 杜红涛.乳化沥青机理及性能影响因素分析以及配合比设计方法[J].江西建材,2017(6):131—132.