

自修复微胶囊对沥青及混合料性能影响研究

李兆¹, 马磊霞²

(1. 中交建冀交高速公路投资发展有限公司, 河北 石家庄 050011; 2. 河北省交通规划设计院, 河北 石家庄 050011)

摘要: 该文通过沥青基本指标试验、温度扫描、频率扫描、线性振幅扫描及疲劳-愈合-疲劳试验, 评价微胶囊对沥青基本性能、流变性能、愈合性能的影响。通过车辙试验、小梁低温弯曲试验、冻融劈裂试验, 评价微胶囊对沥青混合料路用性能影响。结果表明: 当微胶囊在沥青中掺量小于4%时, 微胶囊的加入基本不会影响沥青主要技术指标及高温抗车辙能力; 中温下微胶囊的加入使得沥青胶浆黏性比例增多; 微胶囊对沥青胶浆抗疲劳性能有一定增强作用; 微胶囊沥青胶浆愈合程度指标接近线性上升, 表明微胶囊的掺入对沥青疲劳愈合性能有一定增强作用; 随愈合时间延长, 微胶囊沥青的愈合程度指标变化幅度不同。随微胶囊掺量增加, 微胶囊沥青混合料高温稳定性逐渐减小, 低温变形能力改善, 水稳定性略有提升, 微胶囊掺量在0.4%范围内可满足路用性能要求。

关键词: 道路工程; 沥青; 微胶囊; 流变性能; 疲劳性能; 自愈合性能

中图分类号: U414

文献标志码: A

0 引言

道路石油沥青是一种温度敏感型黏弹塑性材料, 在一定条件下具有自我修复能力, 但在实际情况下, 交通荷载往复不断, 沥青路面没有充足的间歇时间自行修复, 因而不足以抵抗疲劳损伤的萌生和发展^[1-2]。因此, 国内外学者旨在寻求合适的沥青路面自愈合增强手段。增强技术有感应加热法、微胶囊法等, 原理为通过外界的能量及物质补充, 提高混合料自愈合能力^[3-5]。

微胶囊技术因其材料来源广泛, 制备工艺成熟, 产业化程度高而受到关注^[6]。该技术将包覆修复剂的微胶囊埋植于沥青材料中, 在感受到外界作用之后, 胶囊壁破裂释放修复剂, 并扩散至整个裂纹中, 最终对损伤裂纹进行修复^[7]。Su等^[8]、Shirzad等^[9]、Li等^[10]采用生物质组分制备微胶囊, 将其掺入基质或改性沥青中, 结果表明含微胶囊的基质改性沥青的愈合速率有所提升; Sun等^[11]制备了含有再生剂的三聚氰胺脲甲醛(MUF)微胶囊, 通过扫描电子显微镜观察微胶囊的表面形态、直径和壳厚度。四点弯

曲疲劳修复试验结果表明: 添加3%微胶囊可以使AC-10沥青混合物的疲劳寿命加倍; Su等^[12]制备了含沥青再生剂的甲醇-三聚氰胺-甲醛微胶囊, 通过热失重、红外光谱、纳米压痕结果知微胶囊具有良好的热稳定性及一定的强度, 并将微胶囊掺入沥青中观察, 发现微胶囊在沥青中均匀分布, 高温下存活率高。

综上所述, 用于沥青路面的微胶囊修复技术国内外研究集中于微胶囊制备及优化、微胶囊强度及性能测试、掺微胶囊沥青及沥青混合料愈合特性研究等, 关于微胶囊对沥青基本性能、流变性能影响研究较少, 因此本文将制备的微胶囊掺入沥青中, 探究微胶囊对沥青基本性能、流变性能及疲劳愈合性能的影响。

1 原材料与试验方案

1.1 原材料

本文采用SK90#基质沥青, 其主要技术指标如表1所示^[13], 满足《公路沥青路面施工技术规范》(JTGF40—2004)^[14]的要求。

收稿日期: 2023-01-09

基金项目: 河北省交通运输厅科技项目(编号: TH1-202012)

作者简介: 李兆, 男, 大学本科, 高级工程师. E-mail: 1318897483@qq.com

微胶囊采用原位聚合法制备,以氨基树脂为壁材,轻质油分为芯材。微胶囊粒径分布为5~50 μm ,图1为微胶囊扫描电镜下微观形貌。

表1 沥青主要技术指标^[13]

试验项目	单位	实测值
针入度(25 $^{\circ}\text{C}$, 100 g, 5 s)	0.1 mm	83.8
延度(5 cm/min, 10 $^{\circ}\text{C}$)	cm	35
软化点(环球法)	$^{\circ}\text{C}$	48.5
质量损失	%	-0.31
残留针入度比	%	67.2
残留延度(10 $^{\circ}\text{C}$)	cm	15.4

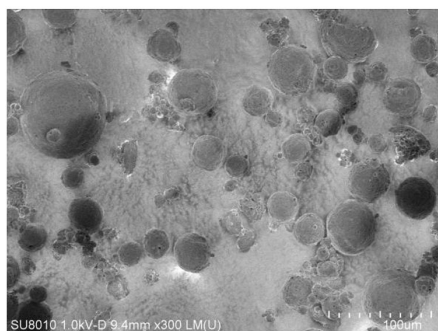


图1 微胶囊微观形貌

沥青混合料采用AC-13级配中值,根据马歇尔配合比设计方法获得最佳沥青用量为4.5%。因自修复微胶囊掺量较低(一般不超过混合料质量1%),在不改变沥青混合料级配和油石比的情况下直接外掺自修复微胶囊。掺入方式为待沥青混合料搅拌完成后加入微胶囊,搅拌时间为15 s。

1.2 制样方法

考虑到微胶囊成本及其对沥青基本性能的影响,微胶囊掺入量为沥青质量的0.2%、4%、6%、8%。制备时先将基质沥青加热至140~150 $^{\circ}\text{C}$,再加入一定量干燥的微胶囊,并在100~150 r/min转速范围进行搅拌,搅拌时间为15 min。由于微胶囊密度较小,因而随掺量的增加微胶囊总体积增大,一次性掺入沥青中难以分散,此时微胶囊需分批逐次掺入。

1.3 试验方案

为研究自修复微胶囊对沥青基本性能、流变性能、疲劳愈合性能的影响。对不同微胶囊掺量下沥青胶浆进行主要技术指标测试,同时采用动态剪切流变仪,对5种不同微胶囊掺量沥青胶浆进行温度扫描、频率扫描、线性振幅扫描试验。温度扫描试验频率

为10 rad/s,试验温度范围52~82 $^{\circ}\text{C}$,温度间隔为6 $^{\circ}\text{C}$,试验获得车辙因子($G^*/\sin \delta$)。频率扫描试验频率范围0.1~100 rad/s,试验温度为20 $^{\circ}\text{C}$,试验获得沥青胶浆复数模量随频率变化规律。线性振幅扫描试验温度为25 $^{\circ}\text{C}$,试验获得表征沥青胶浆疲劳耐久性与敏感度的参数A与B。

为研究微胶囊沥青在连续疲劳损伤下的愈合特性,采用动态剪切流变仪对老化后的沥青胶浆进行疲劳-愈合-疲劳试验^[15-16]。首先进行时间扫描试验,采用应力控制模式(0.1 MPa),直至其复数剪切模量降低至初始复数模量(G_0)的60%时停止试验,并给予间歇时间(1 h、2 h)修复疲劳损伤,后再次进行时间扫描试验,获得愈合前后复数模量随剪切荷载作用次数变化曲线,如图2所示。

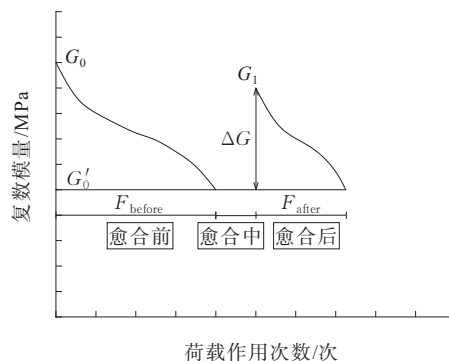


图2 疲劳-愈合-疲劳试验示意图

为从力学、疲劳寿命、能量不同角度评价微胶囊沥青的疲劳愈合性能^[17-19],将愈合前后微胶囊沥青的复数模量之比(r_{HD1})、疲劳寿命之比(r_{HD2})及耗散能之比(r_{HD3})作为评价指标,见式(1)~(3)。

$$r_{\text{HD1}} = \frac{G_1 - G_0'}{G_0 - G_0'} \quad (1)$$

式中: G_0 、 G_1 分别为愈合前、后的初始复数模量; G_0' 为60%的 G_0 。

$$r_{\text{HD2}} = \frac{F_{\text{after}}}{F_{\text{before}}} \quad (2)$$

式中: F_{before} 、 F_{after} 分别为愈合前、后当复数模量 G 下降到60% G_0 时,对沥青胶浆的加载周期次数。

$$r_{\text{HD3}} = \frac{E_{\text{DEafter}}}{E_{\text{DEbefore}}} \quad (3)$$

式中: E_{DEbefore} 、 E_{DEafter} 分别为愈合前、后当复数模量 G 下降到60% G_0 时,沥青胶浆的耗散能。

为研究自修复微胶囊对沥青混合料路用性能影

响,对不同微胶囊掺量下(0、0.4%、0.8%)的沥青混合料进行路用性能试验,评价其对混合料高温稳定性能、低温抗裂性能及水稳定性能的影响。高温稳定性能采用车辙试验进行评价,根据规范要求成型车辙板试件,并进行试验,以动稳定度(S_{DS})作为高温抗车辙性能的评价指标。低温抗裂性能采用小梁低温弯曲试验,根据规范切割小梁试件并进行试验,将破坏时的最大弯拉应变作为评价指标。水稳定性能采用冻融劈裂试验,以冻融劈裂强度比作为评价指标。

2 结果与讨论

2.1 主要技术指标

主要技术指标试验结果如表2所示。

表2 微胶囊沥青主要技术指标

微胶囊 掺量/%	针入度/ (0.1 mm)	软化 点/℃	10℃延度/ cm	135℃布氏黏 度/(Pa·s)
0	83.8	48.5	35.0	0.44
2	82.7	46.4	25.6	0.44
4	83.7	46.2	17.1	0.45
6	85.3	45.6	17.6	0.42
8	90.5	45.4	15.3	0.35

由表2可知:①当微胶囊掺量小于4%时,针入度变化幅度较小;随微胶囊掺量进一步增加,针入度逐渐增大,推测原因为当微胶囊掺量过大时,部分微胶囊在搅拌作用下破裂,轻质油分流出并软化沥青;②微胶囊沥青软化点及布氏黏度均随微胶囊掺量增大而下降,但降低程度并不明显;③10℃延度变化表明:微胶囊沥青的低温延展性随微胶囊掺入而降低,特别在掺量为4%~8%时,微胶囊沥青延度相较于原样沥青下降显著,降低率超过50%。推测原因,可能是因为微胶囊呈粉末状,粉末材料的加入,使得沥青低温劲度增大,致使低温延展性降低。由此可知,微胶囊掺量小于4%对沥青主要技术指标影响较小。

2.2 温度扫描试验

采用车辙因子评价微胶囊沥青的高温抗剪切变形能力,车辙因子越大,表明高温抗剪切变形能力越强。温度扫描车辙因子变化曲线见图3。

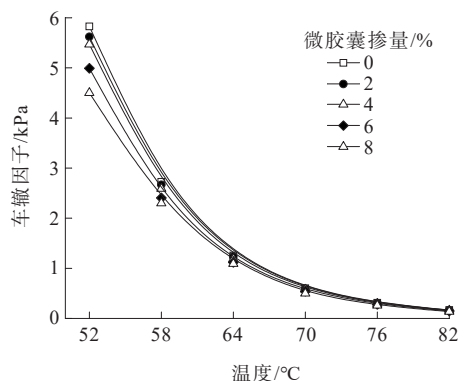


图3 温度扫描车辙因子变化曲线

由图3可知:微胶囊沥青车辙因子均随温度升高而降低。随着温度上升,车辙因子下降趋势先急剧后放缓,表明温度越高微胶囊沥青高温抗剪切变形能力下降。当温度为52~64℃时,在相同温度下,微胶囊掺量为0、2%、4%的沥青胶浆车辙因子值比较接近,而微胶囊掺量为6%、8%沥青胶浆的车辙因子下降明显,这表明当微胶囊掺量为0~4%时,高温抗变形性能基本不受影响。当温度高于64℃时,所有沥青胶浆车辙因子值接近,表明温度较高条件下微胶囊沥青高温性能与原样沥青相近。

2.3 频率扫描试验

频率扫描试验用于分析不同荷载频率下沥青胶浆流变性能。将复数模量与相位角作为流变参数,相同角频率下,复数模量越大,一定程度上表明沥青胶浆抗剪切变形能力越强,相位角表征沥青胶浆中黏性与弹性的比例分布,相位角越大,沥青胶浆中黏性部分占比越大。不同温度下频率扫描复数模量及相位角变化曲线见图4。

由图4(a)可知:中温下随微胶囊掺量增大,沥青胶浆复数模量减小,相位角增大,表明微胶囊的加入使得沥青胶浆的抗变形能力降低,黏性比例增多。特别当微胶囊掺量为8%时,其沥青胶浆复数模量及相位角值变化明显,这可能是由于有部分破裂胶囊芯材流出,使得沥青软化,黏性比例增大造成的,进而表明微胶囊掺入过多可能显著影响沥青中温黏弹特性。由图4(b)可知:高温下随微胶囊掺量增大,各沥青胶浆的复数模量与相位角值非常接近,表明高温下微胶囊对沥青黏弹特性影响较小。

2.4 线性振幅扫描试验

线性振幅扫描试验由两个试验组成,首先进行频率扫描试验,频率扫描范围为0.2~30 Hz,应变水

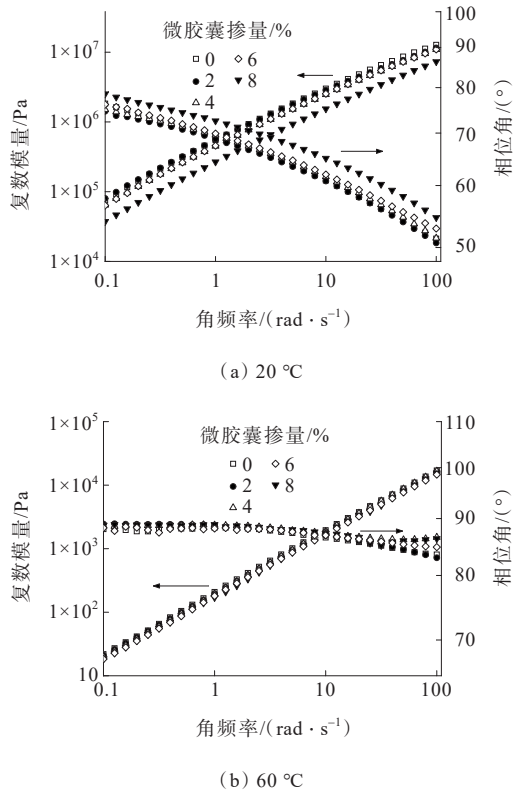


图4 频率扫描模量及相位角变化曲线

平为0.1%,以获得未损伤试样的流变特性,后进行振幅扫描,加载频率为10 Hz,加载时间为310 s,加载振幅由0.1%线性增加至30%,试验温度为25 °C,最后基于黏弹性连续介质损伤理论(VECD模型)得到材料损伤参数及疲劳方程参数 A 、 B 。疲劳参数 A 反映了疲劳寿命曲线在双对数坐标下截距的大小,其值越大,沥青抗疲劳性能越好;疲劳参数 B 为疲劳寿命曲线在双对数坐标系下的斜率,反映疲劳寿命对应变水平的敏感性,其值越大沥青抗疲劳性能越好。图5为疲劳参数 A 、 B 值随微胶囊掺量变化图。

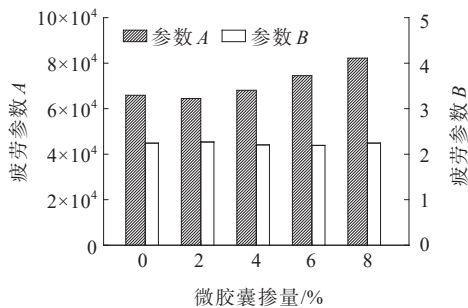


图5 线性振幅扫描试验疲劳参数

由图5可看出:随微胶囊掺量增加,疲劳参数 A 值逐渐增大,表明微胶囊的加入对沥青胶浆抗疲劳性能具有一定增强作用,推测原因为微胶囊为粉末

状材料,加入沥青中后产生劲度增强效应,使其疲劳耐久性增强。疲劳参数 B 随微胶囊掺量的变化并不明显,可以认为微胶囊的加入基本不影响疲劳寿命对应变水平的敏感性。

2.5 疲劳-愈合-疲劳试验

图6绘制了1 h、2 h间歇时间下,不同微胶囊掺量沥青胶浆的愈合程度。

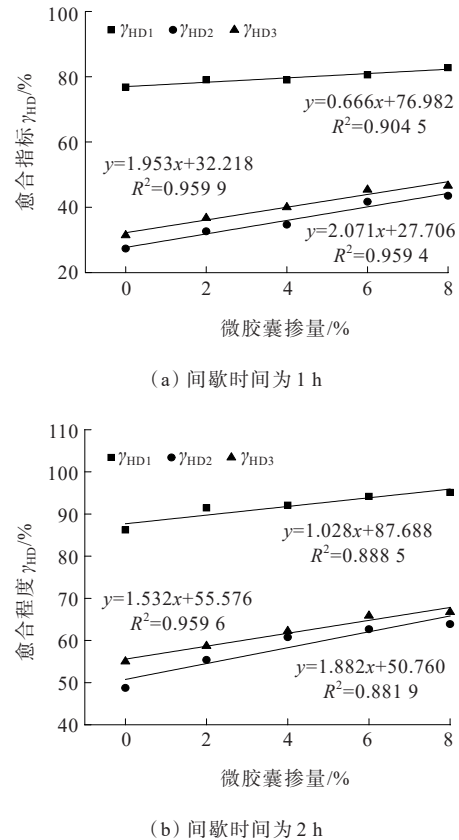


图6 微胶囊沥青的三项愈合指标

由图6可以看出:

(1) 随微胶囊掺量增加,微胶囊沥青胶浆的三项愈合程度指标均逐步上升,表明微胶囊的掺入对沥青疲劳愈合性能有一定增强作用。分析原因为:在疲劳剪切荷载作用下,微胶囊破裂,老化沥青大分子链段间滑移伸展,导致形变增大,复数模量减小;经高温愈合过程后,芯材轻质油分中小分子链段与沥青大分子链段浸润交联,促进了老化沥青链段形态与交联点的恢复,宏观上表现为力学性能、疲劳寿命及耗散能的恢复^[20]。

(2) 对比三项愈合指标可知:复数模量愈合指标 r_{HD1} 值远高于疲劳寿命愈合指标 r_{HD2} 与耗散能愈合指标 r_{HD3} ,表明不同特征参数对微胶囊沥青胶浆的愈合

程度描述不同。当间歇时间为 1 h,与空白组相比,掺 8% 微胶囊沥青胶浆三项愈合指标分别增加了 7.69% (r_{HD1})、59.07% (r_{HD2})、48.36% (r_{HD3}),间歇时间为 2 h 可见相似趋势。表明加入微胶囊后,沥青胶浆的疲劳寿命和耗散能均有明显恢复,而复数模量恢复程度较小,分析原因为:在愈合时间相对充足条件下,由于沥青的触变性,愈合后初始复数模量可基本恢复至愈合前数值,因此 r_{HD1} 指标数值相对偏大增长率较低。

(3) 对三项愈合指标进行线性回归,可看出随微胶囊掺量增加,三项愈合指标接近线性上升,相关系数均高于 0.88。回归式中,斜率表示各项愈合指标随微胶囊掺量增加的变化率,截距表示该愈合程度的下限值。同一间歇时间下,复数模量愈合指标 r_{HD1} 斜

率均小于疲劳寿命愈合指标 r_{HD2} 和耗散能愈合指标 r_{HD3} ;对比同一愈合指标的斜率,可知 2 h 愈合时间下的愈合指标斜率均高于 1 h 愈合时间下对应愈合指标斜率,可见延长愈合时间有利于微胶囊沥青恢复。 r_{HD1} 截距(愈合度)不低于 76% (1 h)、87% (2 h), r_{HD2} 截距不低于 27% (1 h)、50% (2 h), r_{HD3} 截距不低于 32% (1 h)、55% (2 h)。这表明随愈合时间延长,微胶囊沥青的愈合程度指标变化幅度不同。

2.6 混合料路用性能试验

为将沥青混合料中微胶囊掺量与沥青胶浆相对应,沥青混合料中微胶囊掺量应不超过混合料质量的 0.4%,此处微胶囊掺量(占混合料质量比)为 0、0.1%、0.2%、0.3%、0.4%。图 7 为不同微胶囊掺量对沥青混合料路用性能指标的影响。

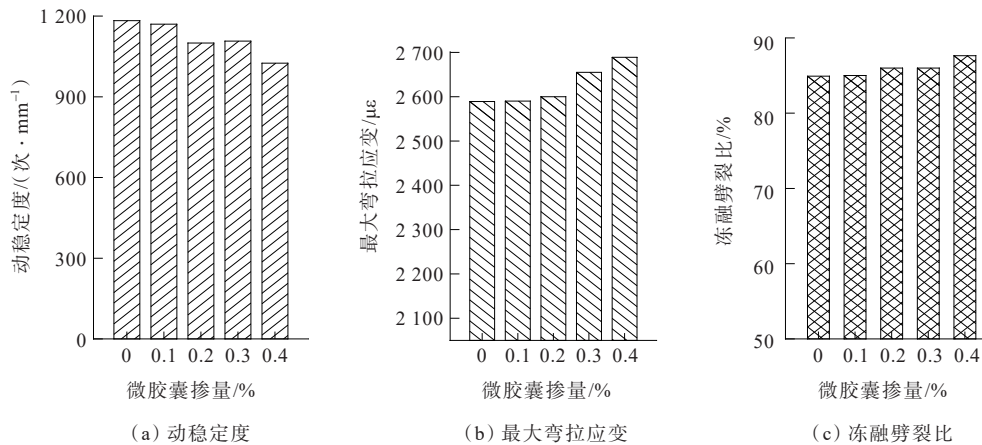


图 7 微胶囊掺量(占混合料质量比)对沥青混合料路用性能指标影响

由图 7 可知:

(1) 沥青混合料动稳定度随微胶囊掺量增加逐渐减小,动稳定度值均满足规范要求。动稳定度减小原因为:随微胶囊掺量增大,混合料拌和与碾压过程中微胶囊破裂的概率增大,胶囊破裂后芯材流出软化沥青,进而高温稳定性降低。

(2) 最大弯拉应变逐渐增大,微胶囊掺量(占混合料质量比)为 0.4% 时,其值达到最大,相对于不掺微胶囊混合料增加 3.86%。推测原因为微胶囊掺量增大,破裂的微胶囊数量增多,芯材流出使沥青软化,混合料变形能力增强。

(3) 冻融劈裂比随微胶囊掺量增加略有增大,水稳定性增强。

综合以上结果可知:随微胶囊掺量增加,微胶囊沥青混合料高温稳定性逐渐减小,低温变形能力增

强,水稳定性略有提升。微胶囊掺量(占混合料质量比)在 0.4% 范围内可满足路用性能要求。

3 结论

(1) 随微胶囊掺量增加,微胶囊沥青针入度增大,软化点、延度及布氏黏度减小。当微胶囊掺量小于 4% 时,三大指标及布氏黏度变化不明显,表明一定掺量下微胶囊的加入基本不会影响沥青主要技术指标。车辙因子下降趋势先急剧后放缓,表明温度越高微胶囊沥青高温抗车辙能力下降。

(2) 中温下随微胶囊掺量增大,沥青胶浆复数模量减小,相位角增大,表明微胶囊的加入使得沥青胶浆的抗变形能力降低,黏性比例增多。高温下随微胶囊掺量增大,微胶囊对沥青黏弹特性影响较小。

疲劳参数 A 值逐渐增大,疲劳参数 B 变化不明显,表明微胶囊的加入对沥青胶浆抗疲劳性能具有一定增强作用,且不影响疲劳寿命对应变水平的敏感性。

(3) 随微胶囊掺量增加,微胶囊沥青胶浆的三项愈合程度指标接近线性上升,表明微胶囊的掺入对沥青疲劳愈合性能有一定增强作用。复数模量愈合指标 r_{HD1} 值远高于疲劳寿命愈合指标 r_{HD2} 与耗散能愈合指标 r_{HD3} 。随愈合时间延长,微胶囊沥青的愈合程度指标变化幅度不同。

(4) 由路用性能结果可知:随微胶囊掺量增加,微胶囊沥青混合料高温稳定性逐渐减小,低温变形能力有一定提高,水稳定性略有提升,微胶囊掺量(占混合料质量比)在0.4%范围内可满足路用性能要求。

参考文献:

- [1] 朱建勇,何兆益.沥青胶结料自愈合研究进展[J].材料导报,2018,32(5):847-854.
- [2] 王泳丹,刘子铭,郝培文.综论沥青的疲劳损伤自愈合行为:理论研究,评价方法,影响因素,数值模拟[J].材料导报,2019,33(9):1517-1525.
- [3] 何亮,李冠男,熊汉江,等.钢砂SBS改性沥青混凝土裂纹的感应加热自修复性能[J].交通运输工程学报,2018,18(3):11-18.
- [4] WAN J M, WU S P, XIAO Y, et al. Study on the effective composition of steel slag for asphalt mixture induction heating purpose[J]. Construction and Building Materials, 2018, 178: 542-550.
- [5] DAI Q L, WANG Z G, MOHD HASAN M R. Investigation of induction healing effects on electrically conductive asphalt mastic and asphalt concrete beams through fracture-healing tests[J]. Construction and Building Materials, 2013, 49: 729-737.
- [6] 陈晓丹,蒋国霞.自修复高分子材料近五年的研究进展[J].高分子通报,2017(8):39-47.
- [7] 汪海平,容敏智,章明秋.微胶囊填充型自修复聚合物及其复合材料[J].化学进展,2010,22(12):2397-2407.
- [8] SU J F, QIU J, SCHLANGEN E, et al. Investigation the possibility of a new approach of using microcapsules containing waste cooking oil: In situ rejuvenation for aged bitumen[J]. Construction and Building Materials, 2015, 74: 83-92.
- [9] SHIRZAD Sharareh, HANSAN Marwa M, AGUIRRE Max A, et al. Microencapsulated sunflower oil for rejuvenation and healing of asphalt mixtures[J]. Journal of Materials in Civil Engineering, 2017, 29(9): 9.
- [10] LI J, YANG S, MUHAMMAD Y, et al. Fabrication and application of polyurea formaldehyde-bioasphalt microcapsules as a secondary modifier for the preparation of high self-healing rate SBS modified asphalt[J]. Construction and Building Materials, 2020, 246: 118452.
- [11] SUN D Q, LI B, YE F Y, et al. Fatigue behavior of microcapsule-induced self-healing asphalt concrete[J]. Journal of Cleaner Production, 2018, 188: 466-476.
- [12] SU J F, SCHLANGEN E, QIU J. Design and construction of microcapsules containing rejuvenator for asphalt[J]. Powder Technology, 2013, 235: 563-571.
- [13] 交通运输部公路科学研究院.公路工程沥青及沥青混合料试验规程:JTG E20—2011[S].北京:人民交通出版社,2011.
- [14] 交通部公路科学研究所.公路沥青路面施工技术规范:JTG F40—2004[S].北京:人民交通出版社,2005.
- [15] HINTZ C, BAHIA H. Simplification of linear amplitude sweep test and specification parameter[J]. Transportation Research Record: Journal of the Transportation Research Board, 2013, 2370(1): 10-16.
- [16] American Association of State Highway and Transportation Officials. Standard method of test for estimating damage tolerance of asphalt binders using the linear amplitude sweep: TP 101-14[S]. Washington D.C.: AASHTO, 2013: 1-7.
- [17] 单丽岩.基于粘弹特性的沥青疲劳-流变机理研究[D].哈尔滨:哈尔滨工业大学,2010.
- [18] 高超,陆国阳,龚明辉,等.自愈合沥青设计的可行性及评价方法研究[J].中外公路,2013,33(3):244-247.
- [19] 王燕春.自修复微胶囊在沥青混合料中的应用[J].中外公路,2019,39(3):275-280.
- [20] 贾军红,刘大昌.紫外光固化聚氨酯改性沥青及其混合料自愈合性能研究[J].中外公路,2022,42(5):241-245.