

基于红外光谱的干法 SBS 改性剂在沥青混合料中分散均匀性研究

樊超¹, 张广威², 高国华², 李传海²

(1. 山东高速集团有限公司 养护部, 山东 济南 250014; 2. 山东省高速公路技术和安全评估省级重点实验室, 山东 济南 250002)

摘要:为解决干法 SBS 改性剂在沥青混合料中难以表征其分散性的问题,采用红外光谱法建立一种分析方法。通过试验确定最佳取样的个数为 3~5 个,并建立红外吸光度—干法 SBS 掺量标准曲线;以 SMA-13 级配为例,使用该方法分析不同拌合时间下干法 SBS 改性剂在沥青混合料中的分散均匀性及对应马歇尔稳定度、冻融劈裂强度、动稳定度。结果显示,在综合考虑施工成本和混合料性能的情况下,以干法 SBS 工艺改性 SMA-13 级配时干拌和湿拌两阶段的拌合时间均以 90 s 为佳,此时 SBS 在沥青混合料中的分散基本达到均匀,所对应的马歇尔稳定度为 9.29 kN、冻融劈裂抗拉强度比为 84.1%、动稳定度为 7 640 次/mm;红外光谱法可定量表征干法 SBS 改性剂在沥青混合料中的分散均匀性。

关键词:公路;沥青混合料;干法 SBS 改性沥青;分散均匀性;红外光谱

中图分类号:U416.217

文献标志码:A

文章编号:1671-2668(2022)01-0054-03

从微观角度来看,SBS 对沥青的改性作用主要是通过分散在沥青中相互交联形成稳定的网状分散体系来实现,这一过程更多的是物理分散而非化学结合。因此,SBS 改性沥青性能的优劣与 SBS 改性剂掺量及分散均匀性息息相关,其中以后者最关键。目前 SBS 改性沥青混合料的施工工艺主要有湿法和干法两种。制约湿法 SBS 改性沥青应用的难点在于储存和运输,一般条件下湿法 SBS 改性沥青长期静置储存会导致其内部网状结构坍塌和聚沉,整体均匀性遭到破坏,应用时难以达到设计标准,甚至部分聚沉严重的区域在性能上还会低于普通沥青。预制好的干法 SBS 改性剂虽然不存在储存和运输上的困难,但在与集料拌合的过程中,如何保证干法 SBS 改性剂均匀分散在沥青混合料中一直没有很好的分析手段。

分析改性沥青中 SBS 掺量的方法有荧光显微镜法、凝胶渗透色谱法、热重分析法等,这些方法大都不够精确,而且只适用于分析改性沥青,无法分析复杂的改性沥青混合料。基于 Lambert-Beer 定律的红外光谱法由于其准确可靠、稳定性好等优点,在组分分析领域得到较广泛的应用,在分析改性沥青中 SBS 掺量方面的可靠性也得到了验证。其中应用较多的是全反射红外光谱(ATR)法,该方法可用于分析改性沥青,但用于分析混合料会受到其他组分的干扰。为此,该文通过溴化钾窗片透过法建

立一种分析改性沥青混合料中 SBS 分散均匀性的方法,以 SMA-13 级配为例,分析 3 种不同拌合时间下混合料性能,并将混合料性能与 SBS 改性剂的均匀性进行对照。

1 最佳取样点个数确定

在待测改性沥青混合料的不同位置选 10 个点,分别取少量小块混合料样品,要求取样位置具有明显的区分度,包含边缘、中心、底层、表层等具有代表性的位置,且每个位置至少各取 1 份样。使用适当过量的四氯化碳(CCl_4)溶解所取样品,简单过滤以排除固体杂质的干扰,或将所取样品置于滤纸上,用同一份 CCl_4 反复冲洗。收集滤液,用滴管取适量滤液滴在溴化钾(KBr)窗片上进行红外测试。以空白窗片为背景,背景扫描时间为 64 次,样品扫描时间为 64 次,扫描速度为 7.5 kHz,保留 4 000~600 cm^{-1} 区间内的数据,分辨率为 4 cm^{-1} 。

基质沥青中富含的叔碳基团会在红外光谱的 1 450、1 370 cm^{-1} 附近产生一高一低的双重峰,干法 SBS 中的聚丁二烯则会在 970、700 cm^{-1} 附近产生 2 个双键的弯曲振动峰,其中 970 cm^{-1} 处为反式强峰,700 cm^{-1} 处为顺式中强峰。虽然 1 450、700 cm^{-1} 两处的峰也可作为基质沥青和干法 SBS 的特征峰使用,但在涉及定量计算时,这 2 处峰的强度差

距较大,峰面积相去较远,故宜选取 $1\,370\text{ cm}^{-1}$ 处作为基质沥青的特征峰、 970 cm^{-1} 处为干法 SBS 的特征峰。以这 2 个峰为中点,选取合适的积分区间,使用 OPUS 软件采用切线法对 2 个特征峰进行积分,积分限分别为 $1\,347\sim 1\,407$ 、 $946\sim 986\text{ cm}^{-1}$ 。图 1 为不同取样处基质沥青与 SBS 的特征峰积分。

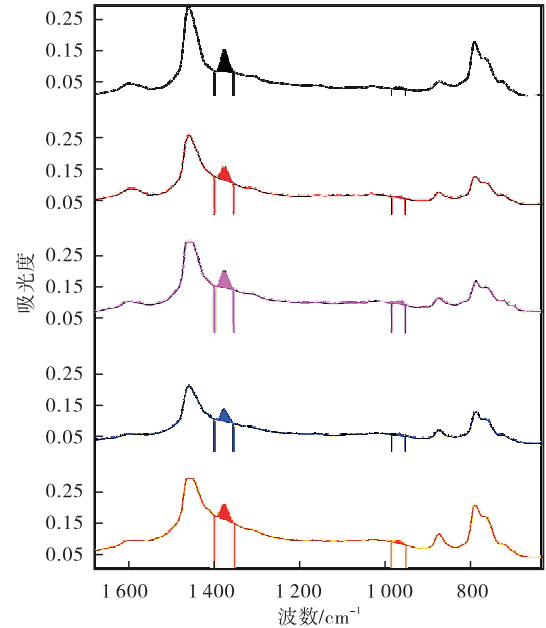


图 1 不同取样处基质沥青与 SBS 的特征峰积分

根据朗伯比尔定律,其他参数确定时,物质的吸光度与其浓度成正比,多组分体系中各组分的吸光度之比等于其组成占比。在红外光谱中,峰面积大小代表吸光度强弱。因此,当干法 SBS 在基质沥青中的掺量确定时,其各自特征峰的面积之比应为定值。将上述两峰的面积比值记为 Z ,分析所有取样的 Z_i 值,计算其离散系数。

以 4% 掺量的干法 SBS 改性沥青为例,对同一待测物取样 10 次,记录每次取样测试所得 Z 值,计算平均值 \bar{Z} ,以 10 次测试最终得到的离散性系数 CV_{10} 为标准值,计算取样次数为 i 时所得 \bar{Z}_i 和 CV_i 与标准值的差别,结果见表 1。由表 1 可知:取样个数 ≥ 3 时, $|\Delta CV|$ 变化趋于平缓。综合考虑试验的准确性和测试成本,最佳取样个数定为 3~5 个。为确保试验的准确性,后续试验时一律取样 5 次。

对于红外光谱法,理论上取样点个数越多,分析结果越全面。但取样次数遵循边际效应,从成本和操作难易程度上考虑,取有限个样品进行测量,以所得结果与大数量测量值相去不远为宜。

表 1 红外光谱法最佳取样点个数试验结果

取样次数/次	比值 Z	\bar{Z}_i	$CV_i/\%$	$ \Delta Z $	$ \Delta CV /\%$
1	8.35	—	—	0.016	3.68
2	8.52	8.44	1.01	0.069	2.67
3	7.82	8.23	3.62	0.136	0.06
4	8.66	8.34	3.82	0.029	0.14
5	7.95	8.26	3.92	0.106	0.25
6	8.25	8.26	3.58	0.108	0.10
7	8.15	8.24	3.36	0.123	0.32
8	8.55	8.28	3.36	0.085	0.32
9	8.85	8.34	3.80	0.022	0.12
10	8.56	8.37	3.68	—	—

2 吸光度—干法 SBS 掺量标准曲线建立

称取一定质量的干法 SBS 改性剂与 70# 基质沥青,干法 SBS 外掺量共设置 5 组,分别为 4%、4.5%、5%、5.5%、6%,每组设置 5 个平行样,使用稍过量的四氯化碳溶解,进行红外测量,结果见表 2 和图 2。拟合公式为 $Z = -1.235\,8X + 13.312\,67$, $R^2 = 0.986\,78$,其中 X 为干法 SBS 外掺量。

表 2 不同干法 SBS 掺量下吸光度

组别	干法 SBS 掺量/%	吸光度比值 平均值	实际比例平 均值/%
1	4.0	8.41	4.05
2	4.5	7.55	4.51
3	5.0	7.07	5.11
4	5.5	6.46	5.55
5	6.0	5.88	6.01

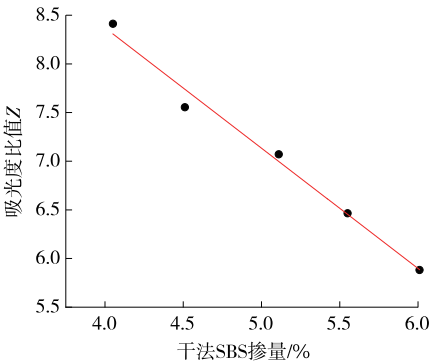


图 2 吸光度比值 Z —干法 SBS 掺量标准曲线

吸光度比值 Z —干法 SBS 掺量曲线不仅可用于表征干法 SBS 的分散性,还可用于计算改性沥青混合料中某一位置处 SBS 的绝对含量。但由于不同的干法 SBS 改性剂中所含助剂比例不同,计算时需

根据所选用干法 SBS 改性剂的技术指标进行换算。

3 SMA-13 级配下干法 SBS 最佳拌和时间确定

以 SMA-13 级配为例,在 70[#] 沥青中掺入 7% 含量的干法 SBS 改性剂,石料选用玄武岩粗集料、石灰岩细集料,设置 3 组不同的拌合时间。对所制得的 3 组混合料进行 SBS 分散性分析及马歇尔稳定度试验、冻融劈裂试验、车辙试验等,分析拌合时间对 SBS 分散性的影响及干法 SBS 改性剂在沥青混合料中的分散性对试件宏观性能的影响。

将干法 SBS 改性剂和热集料干拌 60、90、120 s,使改性剂均匀分散在矿料中;将沥青按照预定用量加入,拌合 60、90、120 s;再加入矿粉,拌合相同的时间;将拌合好的混合料置于保温桶或搪瓷盘中,放入 170~180 ℃烘箱中恒温发育 2 h(模拟摊铺前运输车保温工况)后,取样冷却备用,其余混合料成型

沥青混合料试件。温度控制按表 3 进行。

表 3 SMA-13 级配混合料的试验温度

试验项目	试验温度/℃
矿料加热温度	185
普通沥青加热温度	150~160
沥青混合料拌合温度	180~185
沥青混合料恒温发育温度	170~185
击实和车辙成型温度	165

不同拌合时间的混合料分别编号 1~3,对取好的样品采用相同的方法测试混合料中 SBS 改性剂的分散性,对成型好的试件分别进行马歇尔稳定度试验、冻融劈裂试验、车辙试验,结果见表 4、表 5。

表 4 3 组混合料的干法 SBS 掺量分析

组别	Z 平均值	离散系数/%	干法 SBS 计算掺量/%
1	4.63	10.16	7.03
2	4.77	8.41	6.92
3	4.63	8.10	7.03

表 5 3 组混合料的性能分析

组别	稳定度/kN	流值/mm	劈裂抗拉强度/MPa		冻融劈裂抗拉强度比/%	动稳定度/(次·mm ⁻¹)
			冻融	未冻融		
1	8.35	3.12	0.624	0.802	77.8	6 924
2	9.29	2.36	0.688	0.818	84.1	7 640
3	9.56	2.21	0.712	0.831	85.7	7 863

由表 4 可知:当 2 次搅拌时间都设置为 60 s 时,通过计算得到的离散系数为 10.16%,说明 SBS 改性剂的分散均匀性尚可;对比第 2、3 组混合料,SBS 的分散性随着搅拌时间的增加而慢慢趋于均匀,第 3 组的分散效果比第 2 组更好、更均匀,但优势并不明显。考虑到边际效用递减规律,就 SMA-13 级配而言,在进行干法 SBS 施工时,2 次搅拌时间以 90 s 左右为宜,且计算得到的离散系数应低于 10%。3 组混合料测试得出的干法 SBS 掺量计算值与实际值均较相符。

由表 5 可知:SBS 的分散均匀程度与对应改性沥青混合料的性能成正相关,控制好改性沥青混合料中 SBS 的均匀性指标,对控制混合料的整体性能具有重要作用,也就是说可通过确定最佳拌合时间来确定最佳的沥青混合料性能。采用上述方法及标准,可对干法 SBS 施工工艺不断进行改进、监控,不断探索能获得最佳均匀性的施工条件。

4 结论

(1) 通过红外光谱法建立一种改性沥青混合料

中干法 SBS 分散均匀性的分析方法,使用该方法不但能准确判断改性沥青混合料中干法 SBS 分散均匀性,而且可通过换算得出某一位置处 SBS 的绝对含量。

(2) 以 SMA-13 级配为例,使用该方法分析不同拌合时间下干法 SBS 改性剂在混合料中的分散均匀性及对应混合料性能,结果显示,当干法 SBS 改性剂与集料的干拌时间与添加基质沥青的湿拌时间均为 90 s 时,干法 SBS 改性剂在混合料中的分散基本达到均匀。

参考文献:

- [1] 肖鹏,康爱红,李雪峰.基于红外光谱法的 SBS 改性沥青共混机理[J].江苏大学学报(自然科学版),2005,26(6):529-532.
- [2] 林杰.SBS 改性沥青技术性能评价与质量控制研究[D].西安:长安大学,2011.
- [3] 付海英,窦大营,李林繁,等.SBS 改性沥青的储存稳定性研究[J].石油沥青,2005,19(1):26-29.
- [4] 高莉宁,缙晶,符小红,等.苯乙烯-丁二烯-苯乙烯嵌

(下转第 60 页)

表8 四点弯曲疲劳试验结果

沥青混合料类型	疲劳寿命/次			
	试件 1	试件 2	试件 3	平均值
基质沥青	9 153	9 964	10 163	9 760
0.4% HM	44 682	47 538	45 618	45 946
0.2% BF+0.4% HM	97 496	90 762	85 795	91 351
0.4% BF+0.4% HM	114 596	109 835	115 025	113 152
0.6% BF+0.4% HM	145 290	132 843	129 708	135 947
SBS	73 619	75 947	72 290	73 952

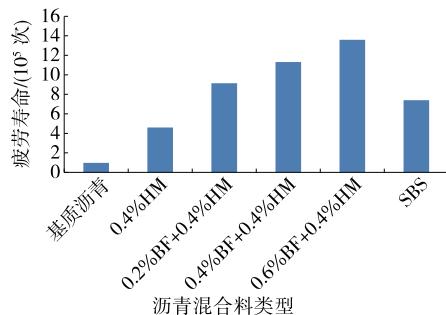


图4 疲劳寿命对比

身具有良好的抗疲劳特性,加入玄武岩纤维后其疲劳性能进一步得到大幅改善。一方面,由于玄武岩纤维与沥青形成的网络结构增大了沥青膜厚度,增强了沥青与集料的黏结性,加之纤维本身具有加筋增韧作用,阻碍了裂缝的进一步扩展,改善了其抗疲劳性能;另一方面,玄武岩纤维本身的弹性模量较大,加入混合料后提高了柔性成分,疏散了一部分应力,使混合料产生裂缝的概率减小,从而提高了其抗疲劳性能。

3 结论

(1) 6种沥青混合料的动稳定度大小为0.6% BF+0.4% HM>0.4% BF+0.4% HM>0.2% BF+0.4% HM>0.4% HM>SBS>基质沥青,高模量沥青混合料自身具有良好的高温稳定性,掺入玄武岩纤维后其高温性能优势更显著。

(2) 玄武岩纤维能改善高模量沥青混合料的低温性能不足问题,0.6%玄武岩纤维用量时的低温性能趋于SBS改性沥青。

(3) 高模量沥青混合料本身具有很好的抗水损害性能,但掺入玄武岩纤维会对其抗水损害性能产生不良影响。

(4) 高模量沥青混合料自身具有良好的抗疲劳特性,加入玄武岩纤维后,0.6%玄武岩纤维用量时的疲劳寿命是SBS的1.8倍、基质沥青的14倍,大幅改善了其疲劳性能。

参考文献:

- [1] 王俊杰.高模量剂对沥青及其混合料性能的影响研究[J].中外公路,2015,35(3):263-267.
- [2] 李洪斌.高模量沥青混合料路用性能的试验研究[J].公路,2011(2):123-126.
- [3] LEE H J, LEE J H, PARK H M. Performance evaluation of high modulus asphalt mixtures for long life asphalt pavements[J]. Construction and Building Materials, 2007, 21(5): 1079-1087.
- [4] SIM Jongsung, PARK Cheolwoo, MOON Do Young. Characteristics of basalt fiber as a strengthening material for concrete structures[J]. Composites Part B: Engineering, 2005, 36(6): 504-512.
- [5] LUO X, XU J Y, BAI E L, et al. Study on the effect of basalt fiber on the energy absorption characteristics of porous material[J]. Construction and Building Materials, 2014, 68(15): 384-390.
- [6] 韦佑坡, 张争奇, 司伟, 等. 玄武岩纤维在沥青混合料中的作用机理[J]. 长安大学学报(自然科学版), 2012, 32(2): 39-44.
- [7] 郭寅川, 李震南, 申爱琴, 等. 玄武岩纤维沥青胶浆优化设计及机理分析[J]. 建筑材料学报, 2018, 21(1): 47-53.
- [8] 许珊珊. 玄武岩纤维沥青胶浆性能及其界面粘结特性研究[D]. 扬州: 扬州大学, 2018.
- [9] 范文孝, 康海贵, 郑元勋. 玄武岩纤维改性沥青混合料路用性能试验研究[J]. 东南大学学报(英文版), 2010, 26(4): 614-617.
- [10] 陈建荣, 叶俊, 吴逢春, 等. 短切玄武岩纤维沥青混合料疲劳性能研究[J]. 公路, 2013(11): 188-191.

收稿日期: 2020-12-09

(上接第56页)

段共聚物改性沥青中改性剂含量的检测方法[J]. 科学与技术, 2019, 19(36): 54-61.

- [5] 高妮妮. 改性沥青SBS剂量快速检测方法研究[D]. 西安: 长安大学, 2013.

- [6] 张海波, 王富强. 基于ANN预测模型快速检测改性沥青SBS含量的方法研究[J]. 道路工程, 2020(7): 1-3+44.

收稿日期: 2020-12-18