

文章编号: 1005-0523(2017)03-0040-06

沥青路面铣刨料表面沥青分层老化规律研究

叶 奋^{1,2}, 韦 特¹, 王舒颖¹

(1. 同济大学道路与交通工程教育部重点实验室, 上海 201804; 2. 新疆大学建筑工程学院, 乌鲁木齐 830047)

摘要: 为了研究沥青路面铣刨料表面裹附的沥青在厚度方向分层老化的规律, 将铣刨料中的沥青逐层抽提分离后进行红外光谱分析和凝胶渗透色谱分析。试验结果表明, 铣刨料表面的沥青由外而内吸氧老化逐渐减弱, 芳香分含量逐渐增多, 同时大分子含量逐渐减小。另外, 试验发现各层沥青中 C=C 双键的伸缩振动波数发生变化, 由此推测 C=O 含量变化影响了 C=C 双键与 C=O 双键之间的共轭效应。

关键词: 铣刨料; 分层老化; FT-IR; GPC

中图分类号: U414

文献标志码: A

DOI: 10.16749/j.cnki.jecjtu.2017.03.007

近年来早期建设的高速公路进入了大规模翻修重建的阶段, 翻修过程中产生了大量的沥青路面铣刨料。为了处理这些黑色垃圾, 国内外的学者和工程师都进行了很多研究和实践, 最直接的处理方式就是将这些铣刨料再生利用, 掺加到新沥青混合料中, 并通过使用较软的沥青或者再生剂, 从而保证铣刨料有良好的使用性能^[1,2]。在铣刨料的再生利用过程中, 有些工程案例非常成功, 在使用了铣刨料之后再生路面的各方面性能与全新的路面几乎没有差别; 但是有些工程就非常差, 有些掺加了铣刨料的路面在使用数月之后就出现了大范围的开裂、坑槽等病害。造成这一现象的一个重要因素就是目前对于铣刨料的研究还不够深入, 对铣刨料加入新沥青混合料中的力学行为不能明确描述。目前对于铣刨料的研究主要集中在对铣刨料中集料的级配、沥青的三大指标等方面^[1-4]。而对铣刨料表面裹附沥青的具体情况研究甚少, 由于沥青混合料在使用过程中受到空气氧化、汽车荷载、紫外线照射等等复杂的作用, 集料表面的沥青的老化情况可能会出现分层现象, 这一现象将会对铣刨料的再生利用产生影响。本文将通过使用分层浸泡抽提的方法对铣刨料中的沥青进行逐层分离, 之后对各层的沥青进行 FT-IR(傅立叶红外光谱)分析和 GPC(凝胶渗透色谱)分析, 对铣刨料表面的沥青分层老化规律进行研究。该研究也为今后更进一步研究铣刨料在再生混合料中的受力方式奠定基础。

1 试验材料与试验方法

1.1 试验材料

试验使用的铣刨料来自 2015 年上海市 G1501 东环闻居路段大修工程, 为了保证铣刨料内沥青种类及老化程度的基本一致, 铣刨厚度定为 5 cm。铣刨料经过抽提筛分得到铣刨料的油石比为 4.75%, 集料的级配见表 1。考虑到沥青裹附集料的完整度, 试验取铣刨料中 4.75 mm 筛上的部分作为试验材料。

收稿日期: 2016-11-04

基金项目: 国家自然科学基金项目(51568064)

作者简介: 叶奋(1970—), 男, 教授, 博士, 博士生导师, 研究方向为道路工程材料。

表1 铣刨料级配
Tab.1 Milling material gradation

筛孔尺寸/mm	16	13.2	9.5	4.75	2.36	1.18	0.6	0.3	0.15	0.075
通过率/%	100	91.74	67.41	32.37	17.9	12.22	8.01	4.72	2.55	0.21

1.2 试验方法

1.2.1 分层抽提方法

为了将铣刨料表面的沥青逐层分离,称取铣刨料 200 g 左右放入网篮中,准备 5 个容器并进行编号,每个容器中盛放 500 mL 分析纯三氯乙烯备用。将装有铣刨料的网篮逐次浸泡在这 5 个容器中,每次浸泡时间为 60 s,浸泡完成后将铣刨料上的三氯乙烯晾干并称重,之后将网篮置入下一个容器,最后得到 5 份三氯乙烯沥青溶液。随后使用旋转蒸发器法对溶液中的沥青进行回收,试验方法依据现行规范^[5],最终将铣刨料上裹附的沥青分为由外到内共 5 层,分别编号 Layer 1~Layer 5。

1.2.2 傅立叶红外光谱试验

傅立叶红外光谱试验使用由德国 BRUKER 公司生产的傅立叶变换衰减全反射红外光谱仪 (FFTIR-ATR),型号为 TENSOR27,设置分辨率为 4 cm^{-1} 、扫描次数为 32 次、测试范围为 $4\ 000\sim 600\text{ cm}^{-1}$ 。

1.2.3 凝胶渗透色谱试验

凝胶渗透色谱试验使用美国 WATERS2414 型凝胶渗透色谱仪,色谱柱共 3 根,检测器为紫外吸收光谱检测器,流动相为四氢呋喃,检测时流速控制在 1 mL/min ,试样溶液浓度为 3.5 mg/mL ,一次检测的进样量为 $100\ \mu\text{L}$ 。

2 试验数据与分析

2.1 分层抽提试验

每次浸泡得到的沥青溶液中还含有少量的细集料,通过计算每次浸泡后铣刨料的重量,扣除其中的细集料,可以得到每次溶解的沥青质量。另一方面,参考《公路沥青路面施工技术规范》中计算集料比表面积的方法(公式 1)得到铣刨料比表面积,假设整个沥青及细集料完全均匀的裹附在集料表面且在浸泡过程中比表面积不变,可以计算出每次浸泡下来的沥青胶浆膜厚度。计算结果详见表 2,每次浸泡后的铣刨料见图 1。

$$A=(2+0.02a+0.04b+0.08c+0.14d+0.3e+0.6f+1.6g)\times 0.204\ 82 \quad (1)$$

式中: A 为集料总的表面积, m^2/kg 。

其中 a, b, c, d, e, f, g 分别代表 4.75, 2.36, 1.18, 0.6, 0.3, 0.15 和 0.075 mm 筛孔的通过百分率, %。

表2 分层抽提结果
Tab.2 Stratified extraction results

浸泡次数/次	铣刨料质量/g	沥青胶浆质量/g	细集料质量/g	沥青质量/g	沥青胶浆膜厚度/ μm
	200.8	-	-	-	
1	199.3	1.5	0.4	1.1	12.85
2	197.2	2.1	0.9	1.2	16.08
3	192.5	4.7	2.6	2.1	33.15
4	185.9	6.6	3.9	2.7	46.58
5	181.6	4.3	2.4	1.9	32.01
	合计	19.2	10.2	9.0	140.67

注:从左至右分别为未浸泡、第 1 次浸泡至第 5 次浸泡后的铣刨料

从计算结果可以看出,从第1次浸泡到第4次浸泡溶解的沥青胶浆层逐渐增厚,第5次浸泡溶解的沥青胶浆层略有减少。根据铣刨料浸泡后的图像推测,由于溶液的渗透作用导致沥青的溶解速度从第1次浸泡到第四次浸泡逐层递增,但最后一次浸泡时由于有部分集料表面的沥青已经完全溶解,所以导致溶解的沥青减少。总体上看,该方法可以将铣刨料表面的沥青逐层分离,可以代表铣刨料由外而内的各层沥青。

2.2 傅立叶红外光谱试验

基于朗伯-比耳定律,通过分析红外光谱吸收峰处的吸光度可以对沥青中的特定基团进行定量分析^[6]。红外光谱图中波数为 1700 cm^{-1} 的羰基伸缩振动峰可以认为是沥青吸氧老化的标志,为了使各

样本之间具有可比性,使用 2960 cm^{-1} 处甲基伸缩振动的峰面积与 1700 cm^{-1} 处羰基伸缩振动的峰面积之比定义为羰基指数,通过比较羰基指数,可以评价各层沥青的吸氧老化程度。沥青中的芳香分含量对沥青的低温及高温性能都有严重影响,而 $(1600\pm 10)\text{ cm}^{-1}$ 处芳香化合物的碳碳双键伸缩振动峰,可以作为芳香分含量的标志^[7],因此,定义 2960 cm^{-1} 处甲基伸缩振动的峰面积与碳碳双键伸缩振动峰的峰面积之比定义为碳碳双键指数,通过比较碳碳双键指数,可以评价各层沥青中芳香分的含量。图2为各层沥青红外光谱图的谱线对比,图3为各层沥青的羰基指数对比,图4为各层沥青的碳碳双键指数及碳碳双键所在峰位的对比。

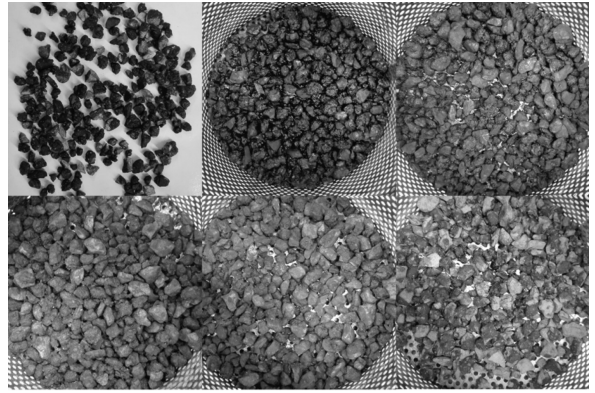


图1 分层浸泡后的铣刨料

Fig.1 The pavemill materials after stratified soaking

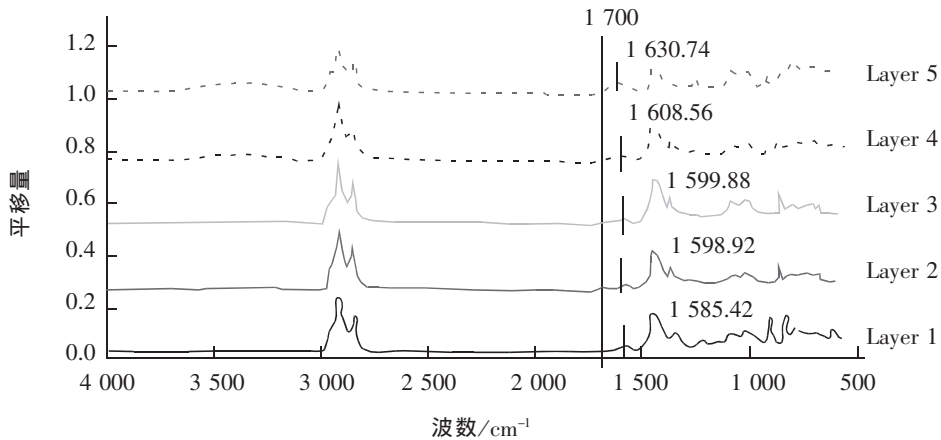


图2 各层沥青红外光谱谱线对比

Fig.2 Comparison of infrared spectra of asphalt in different layers

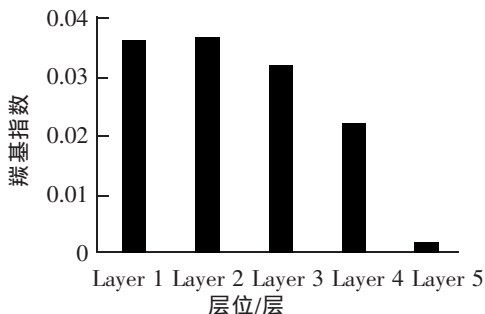


图3 各层沥青的羰基指数对比

Fig.3 Comparison of Carbonyl index of asphalt in different layers

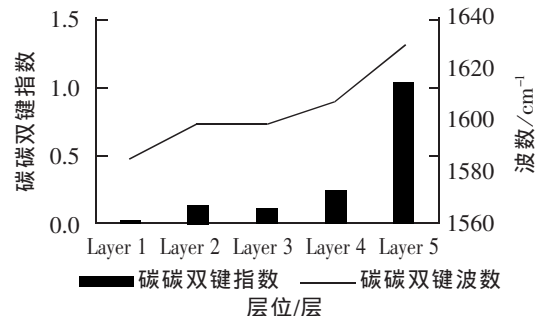


图4 各层沥青的碳碳双键指数及C=C波数对比

Fig.4 Comparison of C=C index and the wave number of C=C of asphalt in different layers

从图3中可以看出,从第1层到第5层的羰基指数大致表现出逐渐减小的趋势,最外层和第2层的羰基指数相近,第2层到第4层接近线性下降,第5层的羰基指数接近零。由此可以说明铣刨料上裹附的沥青,由外而内吸氧老化程度是逐渐减弱的,最内层沥青几乎没有发生吸氧老化,可以推测沥青混合料的吸氧老化是由外而内逐渐扩散的,而沥青吸氧老化到一定程度也会趋于稳定。

图4中的柱形图展示了铣刨料中碳碳双键指数的变化规律,从图4中可以看出,最外层沥青的碳碳双键几乎为零;第2层到第4层有逐渐变大的趋势,但变化不大;最内层的碳碳双键接近中间层的4~5倍。这说明铣刨料中的芳香族化合物是由内而外逐渐挥发的,最外层沥青基本不含芳香族化合物,同时说明集料对沥青中芳香化合物的吸收作用带来的芳香化合物的损失要远小于芳香化合物的挥发作用。根据羰基指数和碳碳双键指数的逐层变化规律可以看出,该铣刨料表面的沥青大致老化到第四层,结合表2的计算结果可以认为沥青老化深度约为108.6 μm 。

图4中的折线图说明了C=C伸缩振动波数的变化规律。可以看出C=C伸缩振动波数与碳碳双键指数的变化规律基本一致,同样是基本保持由外而内逐渐增大,而最外层和最内层会有较大的变化。对于沥青中芳香族化合物C=C伸缩振动波数会发生变化,可能缘于C=O双键与C=C双键之间的共轭作用^[8],当C=O键减少而同时C=C增多,则耦合作用逐渐变弱,从而使C=C的波数逐渐增大。

2.3 凝胶渗透色谱试验

使用凝胶渗透色谱试验可以将样本的分子量分布进行检测。对各层沥青进行凝胶渗透色谱分析得到的结果进行基线处理后,将洗脱时间在10~28 min的部分进行归一化处理得到的谱线如图5所示。为了评价各种沥青分子量分布的变化,将GPC图谱中洗脱时间14.5~27.5 min的沥青相部分划分为13等分,取其前5部分认为是沥青相中的大分子部分,定义大分子部分曲线段下方所包围面积与总面积的比例为LMS(大分子比例),该指标可以表征沥青中大分子的比例。各层沥青计算得到的LMS值如图6所示。

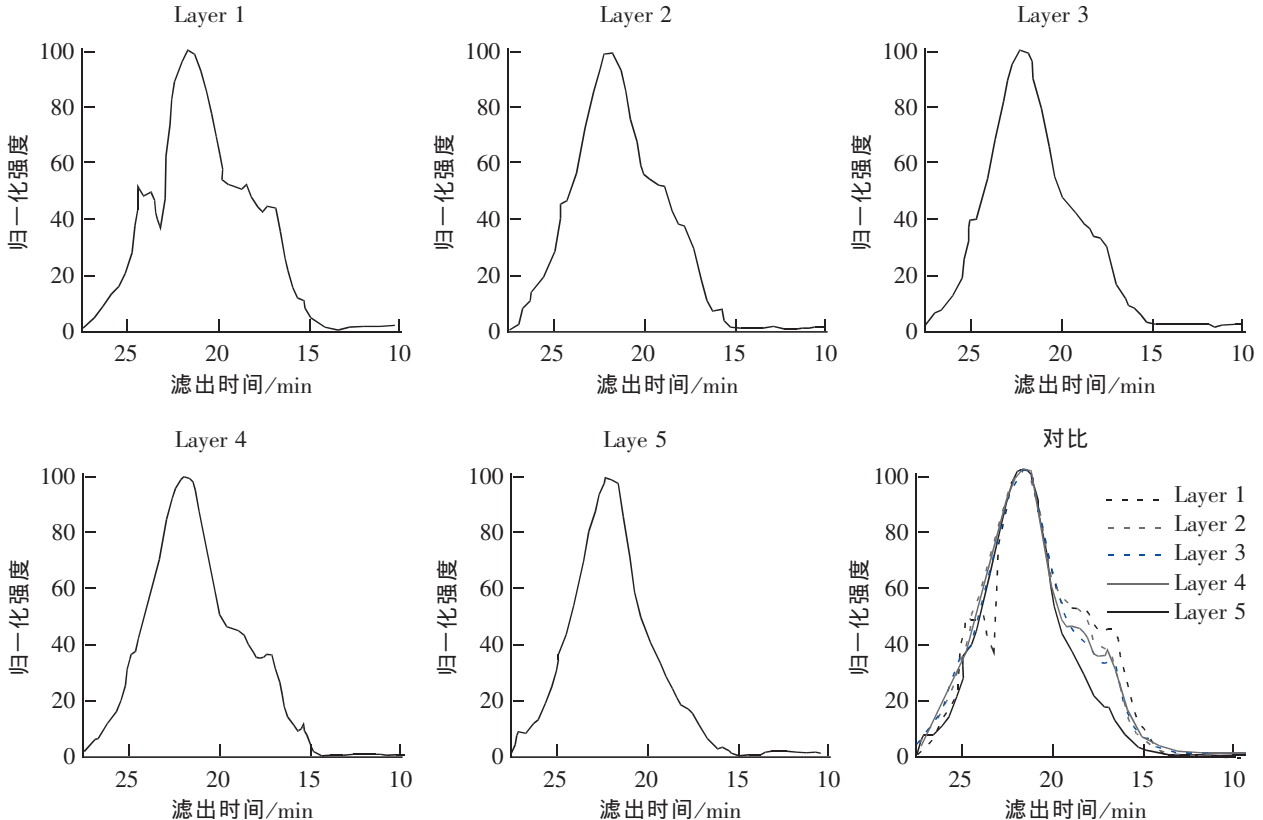


图5 各层沥青 GPC 谱图及对比

Fig.5 Comparison of GPC spectra of asphalt in different layers

从图6中可以看出,铣刨料中的各层沥青由外而内的LMS值有逐渐变小的趋势,最外层和最内层沥青的LMS有较大变化,而中间各层变化不明显,一直保持在25%左右。与图4对比可以看出,铣刨料中各层沥青的LMS值与C=C双键的含量呈互补关系,即C=C双键越少则LMS值越大,由此可以推断,铣刨料中沥青大分子含量的增加,主要是由于沥青中芳香分等轻质组分的挥发引起的。根据各层沥青LMS值的变化规律可以推断,该铣刨料表层沥青大致老化到第四层,与红外光谱试验所得结果一致。

3 结论

1) 沥青混合料中沥青的吸氧老化是由外而内逐渐进行的,沿厚度方向大致呈线性关系。吸氧老化有一定的极限,当沥青老化到一定的程度就会趋于稳定。

2) 沥青中轻质组分的挥发导致铣刨料上裹附的沥青中的芳香族化合物由外而内逐渐减少,最外层沥青中基本不含芳香族化合物。另外由于C=O增多,导致C=O与C=C键的共轭作用增强,使C=C双键的伸缩振动波数减小,这种共轭作用的增强也可能是导致沥青变硬的因素之一。

3) 由于外层沥青中轻质组分的挥发和吸氧老化,铣刨料由内而外各层沥青的大分子含量有逐渐增大的趋势,使得铣刨料形成一种外层硬脆内层柔软的结构。

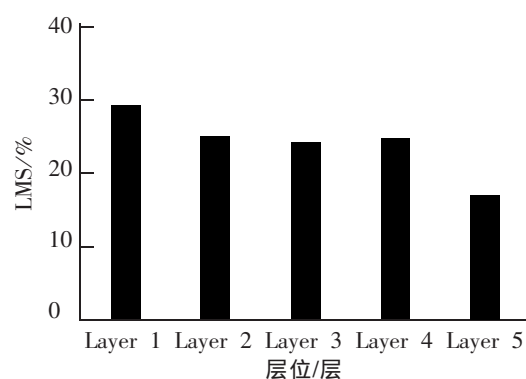


图6 各层沥青LMS值

Fig.6 LMS of asphalt in different layers

参考文献:

- [1] 苏志翔,李淑明,吴小虎. 乳化沥青冷再生试验方法改进及性能研究[J]. 华东交通大学学报,2014(2):37-43.
- [2] 何兆益,陈龙,陈先勇,等. 厂拌热再生沥青混合料力学性能及应用研究[J]. 建筑材料学报,2016(5):871-875.
- [3] 张明杰,祁文洋. 铣刨工艺对RAP变异性和级配的影响[J]. 石油沥青,2016(4):12-17.
- [4] 宋金华,尹少奇. 旧沥青路面铣刨料的CBR试验研究[J]. 路基工程,2015(2):95-97.
- [5] 卢健,胡兴国,汪立诚. 沥青铣刨料抽提试验前后集料密度变化规律比较[C]//《建筑科技与管理》学术交流会议论文集. 北京:中国经贸出版社,2014.
- [6] 焦晓磊,王婷,张永明. 沥青路面铣刨料的性能评价[J]. 公路工程,2012(5):194-196.
- [7] JTJ 052-2000,公路工程沥青及沥青混合料试验规程[S]. 北京:人民交通出版社,2000.
- [8] 丰晓,叶奋,黄彭. 基于沥青老化的红外光谱羰基吸光度分析[J]. 建筑材料学报,2008(3):375-378.
- [9] 廖泽文,耿安松. 沥青质傅里叶变换红外光谱(FT-IR)分析及其在有机地球化学研究中的应用[J]. 地球化学,2001(5):433-438.
- [10] 李纯毅,李东芳,李树臣,等. 红外光谱在基础有机化学实验中的应用()——芳香类化合物的解析[J]. 内蒙古石油化工,2010(24):13-14.
- [11] 祁文洋,李立寒,张明杰,等. SBS改性沥青的阶段老化特征与机理[J]. 同济大学学报:自然科学版,2016(1):95-99.

Research on the Stratified Aging of Asphalt Pavemill Materials

Ye Fen^{1,2}, Wei Te¹, Wang Shuying¹

(1.Key Laboratory of Road and Traffic Engineering of the Ministry of Education, Tongji University, Shanghai 201804, China;

2.School of Architecture and Civil Engineering, Xinjiang University, Urumqi 830047, China)

Abstract: In order to study the stratified aging rule of asphalt pavement overlaid on the surface of asphalt pavemill materials, this study separated and extracted the bitumen in the milling material, and then conducted the analysis of infrared spectroscopy and gel permeation chromatography. The results showed that the oxygen aging on the surface of the milling materials gradually decreases from outside to inside, the aromatic content gradually increases, and the macromolecule content gradually decreases. In addition, the test finds out that the C=C double bond wave number of each layer changes and it is thus inferred that the change of C=O affects the conjugation between C=C and C=O.

Key words: asphalt pavemill materials; stratified aging; FT-IR; GPC

(责任编辑 王建华 李萍)