

纳米 Al_2O_3 改性沥青的制备及其性能研究

王 苗,邢红梅,张晓炜

(新疆农业职业技术学院,新疆 昌吉 831100)

摘 要: 为了研究纳米 Al_2O_3 改性剂对 A-70# 基质沥青物理性能、流变特性的影响及其微观改性机理。基于室内试验制备了不同掺量(1%、2%、3%、4%、5%)的纳米 Al_2O_3 改性沥青,对其进行三大指标、黏度、流变、抗老化性能及其傅里叶红外光谱试验测试。结果表明:加入纳米 Al_2O_3 之后,基质沥青的软化点和黏度提高,针入度及延度下降,纳米 Al_2O_3 最佳掺量为 4%。由流变试验结果可知,纳米 Al_2O_3 可以提升基质沥青的车辙因子,显著增强其高温稳定性,抗老化性能得以提升,但对低温抗裂性能不利。根据微观分析结果,纳米 Al_2O_3 与基质沥青之间既产生了物理变化,又有微弱的化学反应存在。

关键词: 纳米 Al_2O_3 ; 改性沥青; 物理性能; 流变特性; 微观机理

中图分类号: U416

文献标志码: A

文章编号: 1009-7716(2024)03-0240-05

0 引 言

随着“交通强国”战略的实施,我国高速公路沥青路面的通车里程已居世界第一,至 2021 年底已经达到 16.91 万 km^2 。路基-路面结构的耐久性(长寿命)已经越发成为我国道路工作者研究的主要问题^[2-4]。而普通的道路石油沥青已经无法满足长寿命沥青路面所面临的严苛需求,因此,有必要寻求一种途径来提高路面在服役期间的使用性能。

纳米材料因其优良的性能逐渐被应用于道路沥青中。樊亮等^[5]将纳米二氧化钛分别加入到 70# 基质沥青与 90# 基质沥青中,制备得到纳米改性沥青,并将不同掺量下纳米改性沥青经过 5 h 的紫外老化,分析其抗老化性能。结果表明,纳米二氧化钛具有良好的抗紫外老化能力,但对延展性不利。廖美捷^[6]与刘朝晖^[7]将纳米蒙脱土、纳米二氧化钛与 SBR 改性沥青掺配一起,对其进行宏观性能与微观机理分析。研究表明,低温条件下由于蒙脱土与 SBR 改性沥青的相互作用,致使其低温抗裂性能较好。王鹏等人^[8]基于多重应力蠕变恢复试验研究了纳米二氧化硅以及碳纳米管对 SBS 聚合物改性的蠕变效应以及抗老化性能,试验结果发现,纳米材料的维度以及掺量对 SBS 改性沥青的蠕变特性具有显著影响。尚勤超^[9]发现,纳米粘土能够提升改性沥青的存储稳定

性,提高软化点。孙启宇^[10]采用动态剪切流变仪对纳米碳纳米管/SBS 复合改性沥青进行频率扫描试验,并构建了不同纳米碳纳米管掺量下改性沥青的复数模量主曲线,他发现,当纳米材料掺量逐渐增大时,改性沥青的复数剪切模量逐渐增加,抗车辙性能逐渐提升。纳米 Al_2O_3 作为一种纳米金属氧化物,它的热稳定性、强度、比表面积较大,目前对于纳米 Al_2O_3 改性沥青的研究较少,对于物理性能、流变特性及微观改性机理尚不明确。

综上,本文将不同掺量(1%、2%、3%、4%、5%)的纳米 Al_2O_3 加入到 A-70# 基质沥青中,对其进行三大指标试验、黏度试验、动态剪切流变试验(DSR)及弯曲梁流变试验(BBR),研究其传统物理性能及流变特性的变化,并确定最佳掺量。其次,研究了改性沥青的抗老化性能,并对其微观改性机理进行深入分析。

1 原材料及试验方案

1.1 原材料

(1)基质沥青:基质沥青选用广东省东莞市生产的埃索(Esso)A-70# 基质沥青,其基本技术指标见表 1。

(2)纳米 Al_2O_3 : 选用恒格纳米有限公司生产的市售纳米 Al_2O_3 粉末,为白色粉末状,经检验符合质量标准。

1.2 改性沥青的制备

将不同质量分数(1%、2%、3%、4%、5%)的纳米 Al_2O_3 添加到熔融的基质沥青中,并在 170℃ 温度下以 5 500 rad/min 的速率搅拌 40 min。随后在 160℃

收稿日期: 2023-07-04

基金项目: 新疆维吾尔自治区自然科学基金项目(2020D01C003)

作者简介: 王苗(1988—),女,硕士,副教授,从事水力学及河流动力学方向研究工作。

表 1 Esso A-70# 沥青基本技术指标			
指标	单位	测试结果	规范值
针入度(25℃)	0.1 mm	67.8	60~80
软化点	℃	48.4	≥45
10℃延度	cm	>100	≥25
60℃动力黏度	Pa·s	298	≥180
闪点	℃	280	≥260
RTFOT 后的残留物			
质量变化	%	-0.13	≤±0.8
残留针入度比	%	78.2	≥61
10℃残留延度	cm	85	≥6

温度下保温 30 min 使其充分发育,即得到纳米 Al₂O₃ 改性沥青。

1.3 老化试样的制备

采用型号为 SYD-0610 的旋转薄膜烘箱对纳米改性沥青进行短期老化试样的制备,每个盛样瓶可放(35±0.5)g 的熔融沥青,随后关闭烘箱门并打开旋转按钮,烘箱中的温度应该在 10 min 之内达到 163℃±0.5℃,短期老化试样的时间为 85 min。

将短期老化后的沥青试样倒入干燥过的盛样盘中,每盘可盛(50±0.5)g 的沥青,然后使用 PR9300 型压力老化仪对沥青进行室内长期老化试验,压力设置为 2.1 MPa±0.1 MPa,温度为 100℃,长期老化时间为 20 h。

2 试验结果与分析

2.1 常规物理性能

2.1.1 针入度

对 A-70# 基质沥青与不同掺量的纳米 Al₂O₃ 改性沥青进行 25℃ 针入度测试,结果见图 1。为方便作图,将 A-70# 基质沥青记作 VG,VG+1% Nano 代表在 A-70# 基质沥青中加入 1% 的纳米材料。

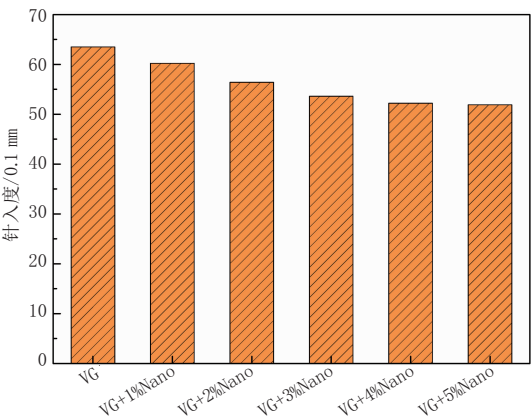


图 1 针入度变化趋势图

由图 1 可知,相较于 A-70# 基质沥青,纳米 Al₂O₃ 改性沥青的 25℃ 针入度值较小,且随着纳米 Al₂O₃ 掺量的逐渐增大,针入度逐渐下降,在掺量增加到 4% 时,下降趋于平缓。这表明,纳米 Al₂O₃ 的加入使 A-70# 基质沥青的稠度增大,提升了其高温性能,分析其原因,纳米 Al₂O₃ 呈粉末状,其自身尺寸较小,表面能较大,均匀分散的加入到基质沥青中拌和后,与基质性沥青形成了更强的表面结合能,结构更加稳定,导致针入度值下降。

2.1.2 软化点

A-70# 基质沥青与不同掺量下的纳米 Al₂O₃ 改性沥青软化点测试结果见图 2。

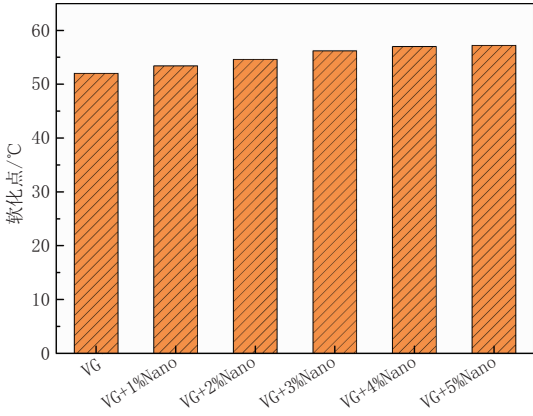


图 2 软化点变化趋势图

由图 2 可知,相较于 A-70 基质沥青,纳米 Al₂O₃ 改性沥青的软化点值更大,纳米 Al₂O₃ 掺量从 1% 增长至 5%,软化点值较基质沥青分别提升 2.69%、5.00%、8.08%、9.62%、10.01%。这意味着纳米 Al₂O₃ 的加入可以提升沥青的高温性能。分析原因,纳米 Al₂O₃ 与 A-70# 基质沥青之间形成了较为稳定的三维网络结构。

2.1.3 延度

图 3 为 A-70# 基质沥青以及不同掺量纳米 Al₂O₃ 改性沥青的 5℃ 延度测试结果。

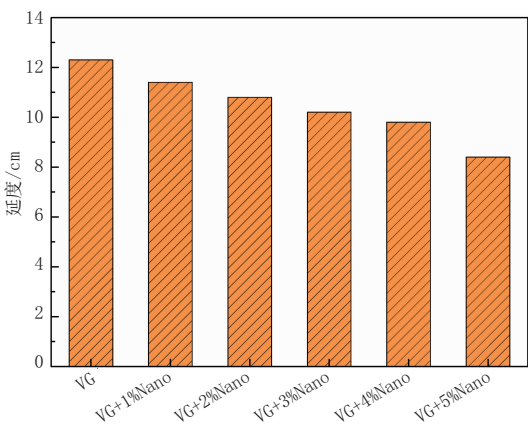


图 3 延度变化趋势图

由图 3 可以看出,A-70# 基质沥青的 5℃延度值较大,随着纳米 Al_2O_3 掺量的增加,纳米改性沥青的延度值逐渐降低。纳米 Al_2O_3 掺量从 1%增长至 5%,改性沥青的延度值分别下降 7.30%、12.20%、17.07%、20.33%、31.71%,说明纳米 Al_2O_3 的加入对 A-70# 基质沥青的低温抗开裂性能带来负面影响,导致其拉伸塑性下降。分析其原因,纳米 Al_2O_3 材料表面能较大,掺量较大时容易与沥青产生结团。因此结合上文常规物理性能试验结果,纳米 Al_2O_3 的最佳掺量为 4%。

2.2 黏度结果分析

采用布式旋转黏度计对 A-70# 基质沥青与不同掺量的纳米 Al_2O_3 改性沥青进行 135℃旋转黏度测试,结果见图 4。

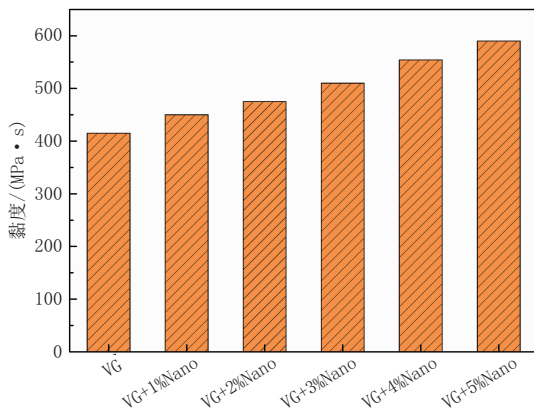


图 4 黏度变化趋势图

从图 4 可知,加入纳米 Al_2O_3 之后,改性沥青的 135℃布式旋转黏度值增大,且随着掺量的增加,黏度值越大。纳米材料掺量从 1%增长至 5%,黏度值分别增长 8.43%、14.46%、22.89%、33.49%、42.17%。这说明在基质沥青中加入纳米 Al_2O_3 后,改性沥青的高温性能以及抗车辙性能增强。

2.3 高温流变特性分析

采用高温动态剪切流变仪对基质沥青以及掺加不同纳米 Al_2O_3 含量之后的纳米改性沥青进行测试,在 52℃、58℃、64℃和 70℃的 4 个温度下进行 3 组平行测试,车辙因子结果见图 5。

沥青的车辙因子值随温度的上升逐渐降低,这是因为,温度升高导致阻力下降,能够承受的剪切变形能力逐渐降低。另一方面,纳米 Al_2O_3 改性沥青的车辙因子值均要高于 A-70# 基质沥青,在纳米 Al_2O_3 掺量为 4%的情况下,各温度下的改性沥青车辙因子值最大,这说明 4%掺量的纳米 Al_2O_3 可以显著提升基质沥青的高温抗车辙性能。

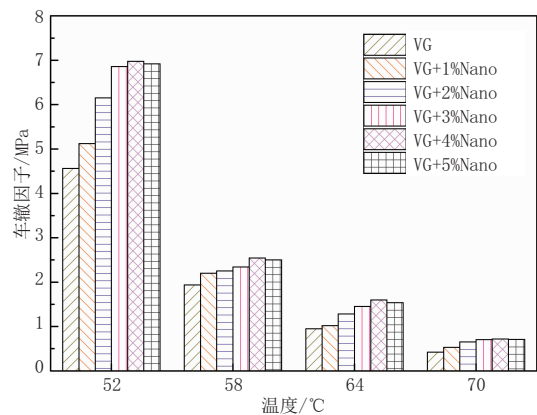


图 5 车辙因子随温度变化图

2.4 低温流变特性分析

2.4.1 劲度模量

采用 BBR 仪器对 -12℃和 -18℃温度下的基质沥青以及纳米改性沥青劲度模量进行测试,结果见图 6。

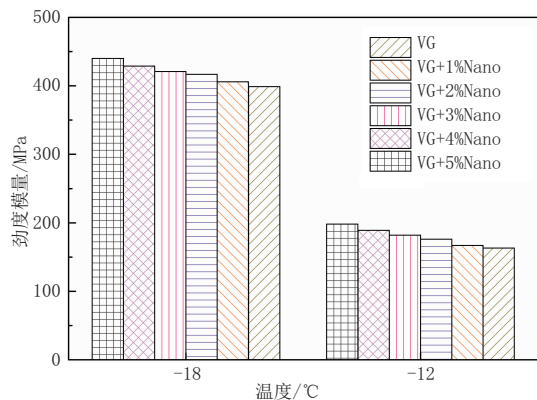


图 6 劲度模量随温度变化图

由图 6 可知,-18℃时的劲度模量值显著高于 -12℃,这说明温度越低,基质沥青及纳米 Al_2O_3 改性沥青的应力松弛能力越低,越容易造成低温开裂。

此外,在基质沥青中加入纳米 Al_2O_3 后,劲度模量值逐渐增大,且纳米 Al_2O_3 掺量越大,劲度模量值越高。例如,在 -18℃时,加入纳米 Al_2O_3 后,随着掺量的增大,与 A-70# 基质沥青劲度模量值相比,分别增长 1.75%、4.51%、5.51%、7.52%、10.28%。当纳米 Al_2O_3 掺量为 5%时,劲度模量值最大,说明此时的纳米 Al_2O_3 改性沥青低温抗裂性能最差。即纳米 Al_2O_3 改性剂对基质沥青的低温抗裂性能带来负面影响。

2.4.2 蠕变速率

不同纳米 Al_2O_3 掺量下的纳米改性沥青及 A-70# 基质沥青在 -12℃和 -18℃温度下的蠕变速率测试结果见图 7。

从图 7 可以发现,随着温度的降低,A-70# 基质沥青以及不同纳米 Al_2O_3 掺量下的纳米改性沥青的

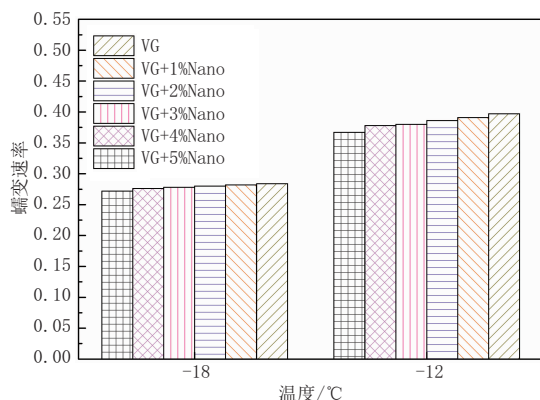


图7 蠕变速率随温度变化图

蠕变速率值呈现减小趋势,且 -18°C 时的蠕变速率值显著低于 -12°C ,这说明温度越低,对沥青越容易造成低温开裂。加入纳米 Al_2O_3 改性剂后,沥青的蠕变速率值显著降低,且随着掺量越大,蠕变速率值越小。说明对于改性沥青低温流变特性而言,纳米 Al_2O_3 掺量不宜过大。综合高温及低温流变特性,建议纳米 Al_2O_3 最佳掺量为4%。

2.5 抗老化性能分析

2.5.1 老化前后车辙因子分析

根据前述沥青老化试样制备的方法,对基质沥青及最佳掺量为4%的纳米 Al_2O_3 改性沥青进行短期及长期老化前后的 60°C 车辙因子进行测试,结果见图8。

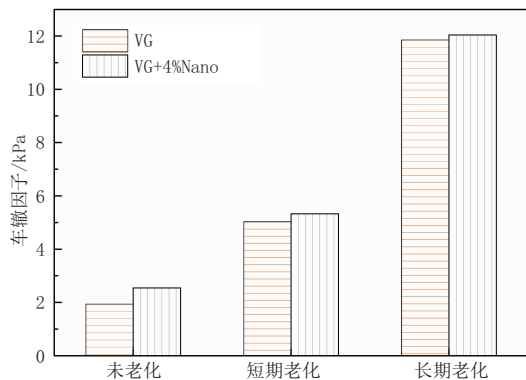


图8 老化前后车辙因子试验结果

由图8发现,不同程度老化后,沥青的车辙因子均大于2.2 kPa。老化程度越大,沥青的车辙因子值越大,说明沥青老化后抗车辙性能变好,高温稳定性提高。改性沥青老化后的车辙因子值变化幅度小于基质沥青,这表明在基质沥青中加入纳米 Al_2O_3 之后,沥青的抗老化性能提升。

2.5.2 老化前后劲度模量分析

基质沥青及掺量为4%的纳米 Al_2O_3 改性沥青在短期及长期老化前后的 -12°C 劲度模量测试结果见图9。

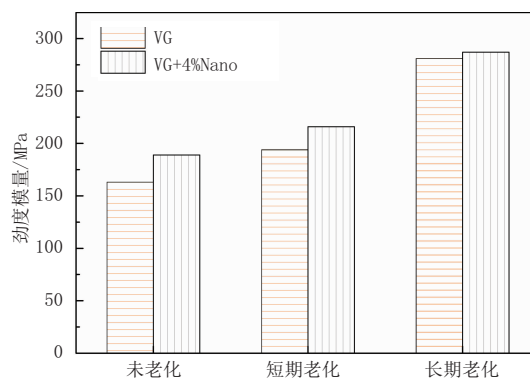


图9 老化前后车辙因子试验结果

由图9发现,老化越严重,沥青的 -12°C 劲度模量值越大。这是因为沥青的组成发生变化,芳香分、饱和分等轻质成分的含量逐渐减少。纳米 Al_2O_3 改性沥青经长期老化后的变化幅值要低于A-70#基质沥青,说明在基质沥青中加入纳米 Al_2O_3 后,沥青的抗老化性能得到提升。

2.6 微观机理分析

采用傅里叶红外光谱对A-70#基质沥青、4%最佳掺量的纳米 Al_2O_3 改性沥青进行检测,并将其进行对比,分析特征峰的位置及官能团变化,以此来研究改性沥青的微观机理,红外光谱测试结果见图10。

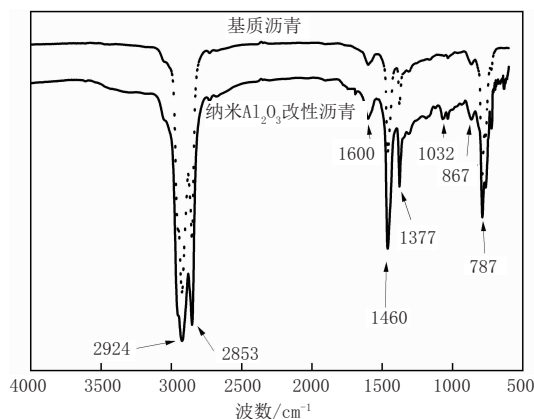


图10 红外光谱测试结果图

从图10可以看出,A-70#基质沥青及纳米 Al_2O_3 改性沥青在 2924 cm^{-1} 、 2853 cm^{-1} 、 1600 cm^{-1} 、 1460 cm^{-1} 、 1377 cm^{-1} 处的峰位较为明显。其中, 2924 cm^{-1} 和 2853 cm^{-1} 波数是由于C-H键对称及非对称伸缩振动引起的吸收峰变化; 1460 cm^{-1} 为 CH_2 剪式振动引起的吸收峰变化; 1377 cm^{-1} 波数是由 CH_3 伞式振动引起。观察可知,A-70#基质沥青与纳米 Al_2O_3 改性沥青在 1000 cm^{-1} 到 4000 cm^{-1} 特征峰之间基本没有明显的特征峰位置变化,但在 1000 cm^{-1} 到 500 cm^{-1} 特征峰之间出现了一些略微的特征峰的波动,产生了新的官能团,但是变化较小。由此可以判断,A-70#基质沥青与纳米 Al_2O_3 改

性剂之间能够形成良好的稳定结构,既产生了物理变化,又有微弱的化学反应存在。

3 结 语

(1)从三大指标及黏度试验结果分析,在基质沥青中加入纳米 Al₂O₃ 之后基质沥青的软化点和黏度显著提高,针入度及延度显著下降,纳米 Al₂O₃ 改性剂的最佳掺量为 4%。

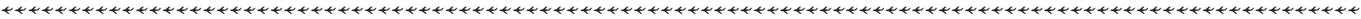
(2)根据流变试验结果,纳米 Al₂O₃ 的加入可以使 A-70# 基质沥青的车辙因子及劲度模量增大,蠕变速率减小,这说明纳米 Al₂O₃ 可以提高沥青的高温稳定性,但对低温抗裂性能不利,抗老化性能较好。

(3)根据微观分析试验结果,A-70# 基质沥青与纳米 Al₂O₃ 之间既产生了物理变化,又有微弱的化学反应存在。

参考文献:

[1] 交通运输部.2021 年交通运输行业发展统计公报[N].中国交通报,2022(1):1-23.
[2] TIAN X G,ZHANG R,XV Y C,et al.Effect of Warm-Mix Agent

EC-120 on Performance of Asphalt Binder and Its Microscopic Mechanism[J].Advances in Civil Engineering,2019,3(5):113-118.
[3] LIU S,CAO W,SHANG S.Analysis and application of relationships between low temperature rheological performance parameters of asphalt binders [J].Construction and Building Materials,2010,24(4):471-478.
[4] 刘超.纳米蒙脱土(OMMT)/SBS 改性沥青流变特性研究[D].大连:大连海事大学,2016.
[5] 樊亮,裴金荣,李永振.纳米 TiO₂ 改性沥青的路用性能与抗老化效果研究[J].化工新型材料,2019,47(7):257-261,265.
[6] 廖美捷.纳米 TiO₂/MMT/SBR 复合改性沥青抗老化性能研究[D].长沙:长沙理工大学,2020.
[7] 刘朝晖,廖美捷,柳力,等.纳米 TiO₂/ 纳米 MMT/SBR 复合改性沥青掺量研究[J].长沙理工大学学报(自然科学版),2019,16(4):1-7.
[8] 王鹏,刘鹏,王健,等.纳米材料对 SBS 改性沥青蠕变及抗老化性的影响[J].武汉理工大学学报(交通科学与工程版),2019,43(5):837-842.
[9] 尚勤超.纳米黏土与温拌剂改性沥青物理特性研究[J].山东交通科技,2022(2):89-91.
[10] 孙启宇.碳纳米管 /SBS 复合改性沥青流变性质研究[D].西安:长安大学,2020.



《城市道桥与防洪》杂志

是您合作的伙伴,为您提供平台,携手共同发展!

欢迎新老读者订阅期刊 欢迎新老客户刊登广告

投稿网站:<http://www.csdqyfh.com> 电话:021-55008850 联系邮箱:cdq@smedi.com