

文章编号:1671-8879(2014)01-0007-06

橡胶沥青结合料性能正交试验

何立平^{1,2}, 申爱琴¹, 谢 成², 刘乐平²

(1. 长安大学 公路学院, 陕西 西安 710064; 2. 广西交通科学研究院 广西道路结构与材料重点实验室, 广西 南宁 530007)

摘 要:为了合理有效地选择橡胶沥青结合料制备过程中的胶粉掺量、外掺剂掺量及制备工艺参数,对其进行了多项性能的“4 因素 3 水平”正交试验,分析了剪切时间、剪切温度、胶粉掺量及硫掺量对各项性能变化趋势及影响程度,并确定了各项制备工艺参数及外掺剂的优化组合方案。研究表明:胶粉掺量对橡胶沥青结合料各项性能均有显著影响,增加胶粉掺量能有效提高其高温性能,但同时降低其低温性能与弹性恢复能力,其最佳掺量应为 20%~25%;剪切时间应在 30 min 以上以保证胶粉充分溶胀,但剪切时间过长会导致橡胶沥青各项性能的显著降低,剪切时间应在 30~60 min 之间;增大硫掺量能抑制橡胶沥青中的脱硫反应,在一定程度提高橡胶沥青高温性能,但过大的硫掺量会造成低温性能的显著下降,橡胶沥青中硫掺量宜小于胶粉掺量的 0.6%;橡胶沥青室内制备参数及外掺剂含量存在优化组合方案。

关键词:道路工程;橡胶沥青;正交试验;高温性能;低温性能

中图分类号:U414.3 **文献标志码:**A

Orthogonal test for rubber asphalt properties

HE Li-ping^{1,2}, SHEN Ai-qin¹, XIE Cheng², LIU Le-ping²

(1. School of Highway, Chang'an University, Xi'an 710064, Shaanxi, China; 2. Guangxi Key Laboratory of Road Structure and Materials, Guangxi Traffic Science Research Institute, Nanning 530007, Guangxi, China)

Abstract: In order to determine the rubber powder dosage, additive agent dosage and preparation parameters in the preparation of rubber asphalt, the influence of shear time, shear temperature, rubber powder dosage and sulfur dosage on various performance change trends and the influence degrees was analyzed by “four factors three levels” orthogonal experiment. The scheme of excellent combination with rubber powder dosage, additive agent dosage and preparation parameters was determined. The results show that the rubber powder dosage has a significant impact on the performance of rubber asphalt, and with the increase of the dosage of rubber powder dosage, the high temperature performance of rubber asphalt has been improved, but when the dosage is more than a certain dosage, the low temperature performance and elastic recovery performance will be significantly reduced. The best rubber powder dosage should be between 20%~25%. Shear time should be more than 30 min to ensure powder fully swelling, and long time shear can lead to the significantly reduced properties of rubber asphalt. The best shear time should be between 30~60 min. Increase of the dosage of sulfur can improve high temperature performance of rubber as-

收稿日期:2013-02-06

基金项目:国家自然科学基金项目(51078040);交通运输部西部交通建设科技项目(2011 318 788 1280);

中央高校基本科研业务费专项资金项目(CHD20115Y003)

作者简介:何立平(1977-),男,湖北荆州人,广西交通科学研究院高级工程师,长安大学工学博士研究生,E-mail:xi Cheng532@126.com。

phalt, but when the dosage is more than a certain dosage, the low temperature performance will be significantly reduced, and the dosage of sulfur should be less than 6%. There is scheme of excellent combination with various parameters. 9 tabs, 6 figs, 10 refs.

Key words: road engineering; rubber asphalt; orthogonal experiment; high temperature performance; low temperature performance

0 引言

废旧橡胶粉改性沥青的相关研究始于 20 世纪 40 年代,目前美国、日本、南非、澳大利亚及芬兰等国已将橡胶沥青应用于大量工程中,并建立了完整的技术规范^[1-10]。相对而言,中国对橡胶沥青研究相对较晚,直到 20 世纪 80 年代才开始橡胶沥青路面的试铺筑。自中国开始引进橡胶沥青技术至今,在广东、重庆、江苏、湖南等地已进行多处橡胶沥青路面工程的建设,且各科研机构在该领域已取得了丰硕的科研成果。交通运输部公路科学研究院于 2001 年主持了交通运输部西部交通科研项目“废旧橡胶粉用于筑路的技术研究”,对橡胶沥青及沥青混合料路用性能与力学特性进行了全面研究^[1]。2004 年,黄文元对橡胶沥青及沥青混合料评价指标、路用性能及橡胶粉颗粒在混合料中的作用机理等进行

了详细研究^[2]。然而橡胶粉与基质沥青的反应过程相对复杂,胶粉颗粒在制备条件下产生溶胀及脱硫反应,反应程度会受到剪切速率、基质沥青类型、剪切时间、胶粉掺量、胶粉粒径及外掺剂掺量等多项因素的影响。鉴于以往研究成果中多项因素对橡胶沥青结合料性能综合影响方面有所不足,本文采用“4 因素 3 水平”的正交试验方案,对橡胶沥青结合料性能受各项因素的影响程度进行研究,以选择最佳的橡胶沥青制备工艺及外掺剂掺量。

1 原材料及试验方案

1.1 试验原材料

试验采用 70# 中油高富沥青,橡胶粉采用广西交通科学研究院生产的 40 目废旧轮胎制橡胶粉,其主要技术指标见表 1、表 2(表中含量为质量分数)。

表 1 基质沥青主要技术指标
Tab. 1 Main indices of base asphalt

项目沥青	针入度(25 ℃)/0.1 mm	15 ℃ 延度/cm	软化点/℃	针入度指数
70# 中油高富沥青	67.8	120	48.6	0.4

表 2 40 目橡胶粉主要技术指标
Tab. 2 Main indices of 40 mesh rubber powder

检测项目	灰分含量/%	天然橡胶含量/%	丙酮抽出物/%	炭黑含量/%	橡胶烃含量/%
检测结果	10	38.99	7	29	52
技术要求	≤8		≤16	≥28	≥48
试验方法			GB/T 3516	GB/T 14837	GB/T 14837

1.2 正交试验方案

为揭示制备过程中胶粉掺量、剪切时间、剪切温度及外掺剂硫(S)等多项因素对橡胶沥青结合料性能的影响,本文采用正交试验对此 4 项因素进行研究,以在不同组合方式中寻求理想组合条件,最终设计所得 L₉(3⁴)正交试验如下页表 3 所示。

2 橡胶沥青结合料高温性能正交试验

采用当量软化点及软化点 2 组橡胶沥青高温性

能指标,对表 3 中的 9 组试样进行测试,其试验结果如下页表 4 所示。

2.1 不同因素对橡胶沥青结合料高温性能变化趋势的影响

通过正交试验中某一因素在同一水平下试验组的试验结果总和,可对其不同水平下性能的变化趋势进行分析,文中采用测试指标和值越大则表示其高温性能越佳。4 种不同因素条件下当量软化点及 180 ℃布氏粘度随不同因素水平的变化规律如下页图 1、图 2 所示。

表 3 橡胶沥青结合料设计 $L_9(3^4)$ 正交试验
Tab. 3 $L_9(3^4)$ orthogonal tests on rubber asphalt

试样编号	胶粉掺量/%	剪切时间/min	剪切温度/℃	硫掺量/%
1	15	30	150~170	0.3
2	15	60	170~190	0.6
3	15	90	190~210	0.9
4	20	30	170~190	0.9
5	20	60	190~210	0.3
6	20	90	150~170	0.6
7	25	30	190~210	0.6
8	25	60	150~170	0.9
9	25	90	170~190	0.3

注:硫掺量以胶粉质量百分比计;掺量为质量分数。

表 4 高温性能指标正交试验
Tab. 4 Orthogonal test results of high temperature performance

试样编号	180℃布氏粘度/(Pa·s)	软化点/℃
1	875	68.8
2	620	66.1
3	423	61.0
4	4 325	78.2
5	1 038	68.0
6	1 608	71.6
7	13 250	86.8
8	9 325	85.5
9	4 775	80.5

由图 1、图 2 可以看出,软化点及 180℃布氏粘度在同一因素条件下随其水平所呈现的变化规律基本一致,这也验证了 180℃布氏粘度能较好地反映橡胶沥青结合料的高温性能变化。高温性能在胶粉掺量、剪切时间、剪切温度及硫掺量 4 个因素影响下随水平的变化规律如下所述。

(1)随着胶粉掺量的增加,橡胶沥青结合料高温性能逐渐增大,且当胶粉掺量大于 20%时出现明显的拐点,即当掺量大于 20%时橡胶沥青高温性能迅速提高,因而为保证橡胶沥青高温性能,胶粉掺量宜大于 20%。

(2)随着剪切时间的增长,橡胶沥青高温性能呈直线下降趋势。这是因为在 30 min 内基质沥青与胶粉的反应以溶胀反应为主,而随着机械作用于胶粉颗粒的时间逐渐延长,胶粉脱硫程度逐渐增大,脱硫导致橡胶沥青高温性能下降。

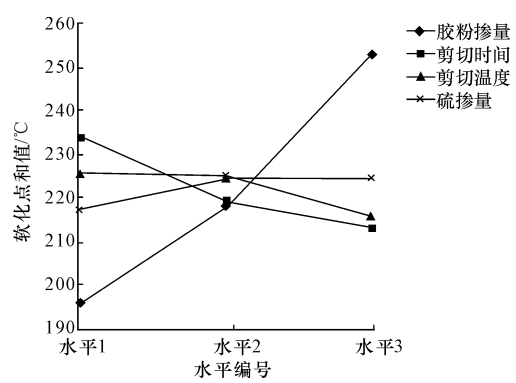


图 1 软化点和值随因素水平的变化规律

Fig. 1 Sum of softening point test results

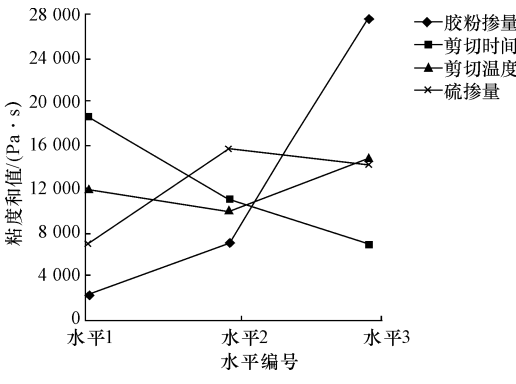


图 2 180℃布氏粘度和值随因素水平的变化规律

Fig. 2 Sum of 180℃ rotation viscometer test results

(3)随着硫掺量及剪切温度的增大,橡胶沥青高温性能呈先上升后下降的趋势。这是因为在橡胶沥青中加入外掺剂硫能一定程度地控制脱硫-硫化该可逆反应,在作用初期能有效地抑制脱硫,使橡胶粉与胶粉之间主要体现为溶胀反应,从而结合料高温性能升高。但随着掺量增大到一定程度时,多余的硫磺便会以游离态存在于橡胶沥青中,游离态硫本身具有的降粘作用导致其高温性能下降;同时胶粉沥青与胶粉发生溶胀反应主要发生于 180℃左右,温度偏低导致胶粉溶胀程度不足,而温度过高会导致胶粉的降解,从而导致高温性能出现先升高后降低的变化。

2.2 不同因素对橡胶沥青结合料高温性能影响程度

正交试验中同一因素不同水平之间指标值之间的极差即代表其对某指标值的影响程度,胶粉掺量、剪切时间、剪切温度及硫掺量 4 个因素,在不同水平橡胶沥青结合料 180℃粘度及软化点的方差如下页表 5 所示。

表 5 不同因素条件下高温性能指标方差

Tab. 5 Variances of high temperature performance indices for different parameters

评价指标	影响因素			
	胶粉掺量	剪切时间	剪切温度	硫掺量
软化点/℃	56.9	20.7	10.1	7.4
180 ℃粘度/(Pa·s)	25 432	11 644	4 991	8 790

由表 5 可以看出,胶粉掺量及剪切时间对两项高温性能指标的影响程度均大于剪切温度和硫掺量对该两项指标的影响,这表明胶粉掺量使得橡胶沥青中固态成分增加对高温性能的提高作用最为明显,而剪切时间的机械作用显著影响胶粉的脱硫反应,两者均会对高温性能造成显著影响。而硫掺量对粘度的影响程度大于剪切温度,但对软化点的影响则小于剪切温度。这可能是硫的掺入改变了胶粉的硫化程度,即减弱了胶粉颗粒的脱硫柔化,增强了胶粉弹性,但对溶胀反应影响较小,而软化点试验中指标受到沥青粘性与胶粉弹性的共同影响,在橡胶沥青实际工作中基质沥青与胶粉颗粒共同作用,从而认为剪切温度对高温性能的影响程度大于硫掺量。最终认为 4 种因素对高温性能的影响程度从大到小顺序为:胶粉掺量、剪切时间、剪切温度、硫掺量。

3 橡胶沥青结合料低温性能正交试验

采用当量脆点及 5 ℃延度 2 组橡胶沥青低温性能指标,对 9 组试样进行测试,试验结果见表 6。

表 6 低温性能指标正交试验

Tab. 6 Orthogonal test results of low temperature performance

试样编号	当量脆点 $T_{1.2}$ /℃	5 ℃延度/cm
1	-23.1	8.2
2	-30.3	6.4
3	-21.2	3.2
4	-12.2	4.0
5	-42.5	9.7
6	-20.0	6.8
7	-22.2	8.4
8	-19.7	5.3
9	-26.5	8.6

3.1 不同因素对橡胶沥青结合料低温性能变化趋势的影响

4 种不同因素条件下,5 ℃延度及当量脆点随不同因素水平的变化规律如图 3、图 4 所示。

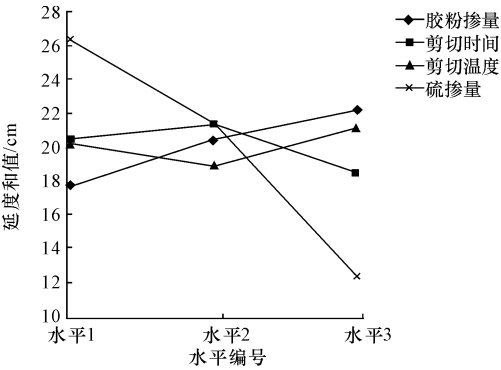


图 3 5 ℃延度和值随因素水平变化规律

Fig. 3 Sum of 5 °C ductility test results

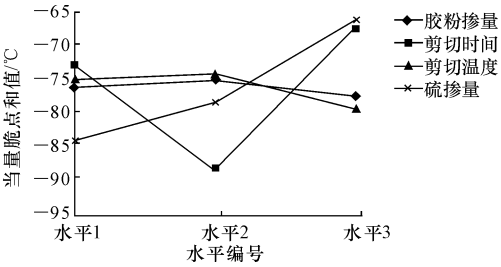


图 4 当量脆点和值随因素水平变化规律

Fig. 4 Sum of equivalent brittle point results

由图 3、图 4 可看出,不同因素条件下橡胶沥青结合料当量脆点及 5 ℃延度的变化规律基本一致,但当量脆点的变化幅度明显小于延度。由于当量脆点是通过不同温度针入度回归所得,因此针入度试验仅仅能描述橡胶沥青中基质沥青部分粘性,而对胶粉及胶粉和基质沥青之间的相互作用无法评价,故认为低温延度评价其变化趋势更为有效。橡胶沥青结合料低温性能在胶粉掺量、剪切时间、剪切温度及硫掺量 4 种因素影响下随因素水平的变化规律如下所述。

- (1)随着胶粉掺量的逐渐增大,橡胶沥青低温性能逐步得到改善,但当掺量大于 20%时改善程度减小。这是因为胶粉掺量的增加提高了对沥青中轻质组分的吸收,同时增加了橡胶沥青中弹性成分比例,有效拓展了橡胶沥青的延展性。
- (2)随着剪切时间的增加,橡胶沥青低温性能呈现先上升后下降的变化趋势。这是因为在前期胶粉与基质沥青体现为溶胀与脱硫反应共同作用,橡胶粉颗粒脱硫柔化与吸收轻质组分同时进行,而当达到一定时间后溶胀反应结束,橡胶粉颗粒的过度柔化导致弹性成分的减少,低温性能随之下降。
- (3)随着剪切温度的升高,橡胶沥青低温性能呈

现先下降后上升的趋势,但其变化幅度较小。

(4)随着硫掺量的增大,橡胶沥青低温性能呈迅速下降趋势。这证明硫的掺量延缓了胶粉颗粒的脱硫反应,使得胶粉颗粒刚性过大,导致延度试验过程中应力集中现象的凸显,导致试验结果偏低。

3.2 不同因素对橡胶沥青结合料低温性能影响程度

鉴于当量脆点仅能反映橡胶沥青结合料中基质沥青成分粘性变化,故仅以 5℃延度在不同因素条件下的极差对其影响程度进行评价。各影响因素条件下的极差见表 7。

表 7 不同因素条件下的低温性能指标极差

Tab. 7 Variances of low temperature performance indices for different parameters

评价指标	影响因素			
	胶粉掺量	剪切时间	剪切温度	硫掺量
5℃延度	4.5	2.8	2.3	14.0

由表 7 可以看出,各因素对橡胶沥青低温延度影响程度从大到小为:硫掺量、胶粉掺量、剪切时间、剪切温度,但低温延度试验过程中放大了应力集中对试验结果的影响,橡胶沥青本身属于“海-岛”结构,因而硫掺量对低温性能的影响应远小于试验结果。

4 橡胶沥青结合料其他性能正交试验

对橡胶沥青进行不同因素不同水平条件的针入度试验及弹性恢复试验,试验结果见表 8。不同因素条件下两项指标随水平变化规律如图 5、图 6 所示。

表 8 针入度指数及弹性恢复正交试验

Tab. 8 Orthogonal test results of penetration index and elastic recovery

试样编号	弹性恢复/%	针入度指数
1	85.0	1.5
2	83.7	2.2
3	64.8	1.8
4	90.0	1.8
5	83.0	2.8
6	92.8	1.5
7	93.1	2.1
8	92.0	2.0
9	85.6	2.4

由表 8 及图 6 可看出,在不同因素不同水平条件下橡胶沥青针入度指数变化幅度较小,且基本满足规范要求,这表明橡胶粉颗粒在溶胀及脱硫反应对基质沥青成分温度敏感性影响较小。而弹性恢复

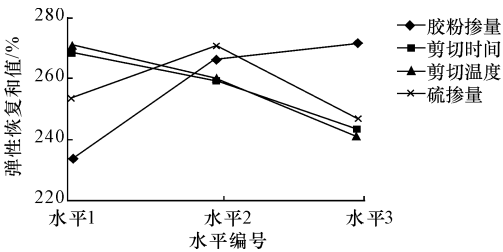


图 5 弹性恢复和值随因素水平变化规律

Fig. 5 Sum of 5℃ elastic recovery results

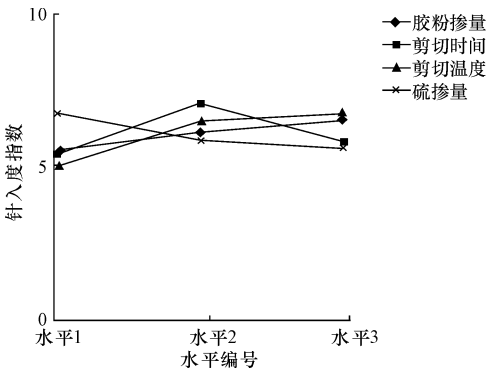


图 6 针入度指数和值随因素水平变化规律

Fig. 6 Sum of penetration index test results

在不同因素条件下随水平变化规律则有所不同:随胶粉掺量的增加,橡胶沥青弹性成分增加,弹性恢复能力增加;随着剪切时间及温度的增加,脱硫反应及降解作用导致弹性恢复能力的下降;同时,随着硫掺量的增加,橡胶沥青弹性恢复能力先上升后下降,这是因为掺入单质硫能在一定程度抑制脱硫,而脱硫程度较低的胶粉具有相对较佳的弹性;但当硫磺掺量达到一定程度时,多余的硫磺以游离态存在于沥青中,而游离态硫磺具有降粘作用,最终导致弹性恢复能力的下降。

5 橡胶沥青制备条件及外掺剂掺量优化选择

基于以上正交试验的结果分析可以得出,采用高速剪切的室内加工工艺时的橡胶粉掺量、剪切时间、加工温度和硫掺量 4 个参数,相对橡胶沥青的高、低温、温度敏感性和弹性恢复等指标的考核下的最佳范围见下页表 9。

由表 9 可以看出,当采用剪切工艺进行室内橡胶沥青制备时,胶粉掺量宜大于 20% 且小于 25%;剪切时间宜为 30~60 min;剪切温度对各项性能的影响并不显著,建议采用目前常

采用的 180 ℃~190 ℃;同时硫掺量低于胶粉掺量的 0.6%。

表 9 优化组合

Tab. 9 Optimized combination

性能指标	胶粉掺量/%	剪切时间/min	剪切温度/℃	硫掺量/%
高温性能	≥20	30~60	不显著	≤0.6
低温性能	≤25	≤60	不显著	越少越好
弹性恢复	≤25	≤60	越小越好	≤0.6

6 结 语

(1)随着胶粉掺量及硫掺量的增加,橡胶沥青高温性能逐渐升高,但达到一定程度时增加幅度减小。由 180 ℃粘度及软化点正交试验结果可以看出,硫的加入主要通过抑制脱硫反应增加胶粉颗粒弹性,提高橡胶沥青高温性能。各个因素对橡胶沥青高温影响程度的大小顺序为:胶粉掺量、剪切时间、剪切温度、硫掺量。

(2)当量脆点仅能反映橡胶沥青结合料中基质沥青组分的粘性,而当胶粉颗粒溶胀程度增大或刚度增强时低温延度试验结果会被“应力集中”现象所影响,相对而言低温延度更具参考性。各个因素对橡胶沥青低温影响程度的大小顺序为:硫掺量、胶粉掺量、剪切时间、剪切温度。

(3)橡胶沥青弹性恢复会随胶粉掺量的增加而增加,随剪切时间和剪切温度的增大而减弱,随硫掺量呈现先上升后下降的变化趋势,同时各项因素对橡胶沥青温度敏感性影响幅度较小。

(4)综合各项性能正交试验结果可以确定各项参数最佳范围为:胶粉掺量 20%~25%;剪切时间 30~60 min;剪切温度 180 ℃~190 ℃;硫掺量低于胶粉掺量的 0.6%。

参考文献:

References:

[1] 交通运输部公路科学研究院. 废旧胶粉用于筑路技术的研究 [R]. 北京: 交通运输部公路科学研究院, 2004.
Research Institute of Highway Ministry of Transportation, The research on road construction technology of rubber asphalt [R]. Beijing: Research Institute of Highway Ministry of Transportation, 2004. (in Chinese)

[2] 黄文元. 轮胎橡胶粉改性沥青路用性能及应用研究 [D]. 上海: 同济大学, 2004.
HUANG Wen-yuan. The research on performance and application of rubber asphalt [D]. Shanghai;

Tongji University, 2004. (in Chinese)

[3] 张肖宁. 沥青与沥青混合料粘弹力学原理及应用 [M]. 北京: 人民交通出版社, 2006.
ZHANG Xiao-ning. Rheological theory and application of asphalt and asphalt mixture [M]. Beijing: China Communications Press, 2006. (in Chinese)

[4] JTG F40—2004, 公路沥青路面施工技术规范[S].
JTG F40—2004, Technical specifications for construction of highway asphalt pavement[S]. (in Chinese)

[5] 赵选民. 试验设计方法[M]. 北京: 科学出版社, 2006.
ZHAO Xuan-min. Test design method[M]. Beijing: Science Press, 2006. (in Chinese)

[6] 黄文元, 张隐西. 路面工程用橡胶沥青的反应机理和进程控制[J]. 公路交通科技, 2006, 23(11): 112-114.
HUANG Wen-yuan, ZHANG Yin-xi. Pavement engineering rubber asphalt reaction mechanism and process control [J]. Highway Traffic Technology, 2006, 23(11): 112-114. (in Chinese)

[7] 王 伟. 橡胶沥青混合料高温性能研究[D]. 上海: 同济大学, 2008.
WANG Wei. Study on the high temperature performance of rubber asphalt mixture[D]. Shanghai: Tongji University, 2008. (in Chinese)

[8] 肖 川, 凌天清. 废旧橡胶粉改性沥青材料在道路工程中的应用与研究[J]. 公路工程, 2009, 34(4): 49-53.
XIAO Chuan, LING Tian-qing. The application and research of rubber asphalt in highway engineering[J]. Highway Engineering, 2009, 34(4): 49-53. (in Chinese)

[9] Junan S, Serji A. The influence of CRM microstructures on the high temperature properties of CRM binders[J]. The International Journal of Pavement Engineering, 2005, 6(4): 265-271.

[10] 郭朝阳, 何兆益. 废旧轮胎橡胶粉改性机理研究[J]. 中外公路, 2008, 28(2): 172-176.
GUO Chao-yang, HE Zhao-yi. The research on modified mechanism research of rubber asphalt[J]. Sino-foreign Highway, 2008, 28(2): 172-176. (in Chinese)