

基于固体颗粒的纳米乳化沥青制备与路用性能研究

曹元浩¹, 刘震², 张勇¹, 李大鹏¹, 龙振强¹

(1. 浙江数智交院科技股份有限公司 杭州 310000; 2. 东南大学 交通学院 南京 211189)

摘要: 针对黏结层路用性能不足导致沥青路面产生推移、坑槽等早期病害现象日益严重的问题, 本文首先基于固体颗粒稳定乳液的 Pickering 乳液体系, 制备了纳米 SiO₂ 乳化沥青, 并将其与高胶乳化沥青复配成纳米乳化沥青; 然后通过基础性性能试验确定了纳米乳化沥青最佳配方; 最后制备出乳化沥青 A、乳化沥青 B 和普通乳化沥青, 并作为对比组进行路用性能试验。结果表明: 纳米乳化沥青在储存稳定性方面优势明显, 且高温稳定性要优于其他 3 种乳化沥青。初步判断纳米乳化沥青应用在黏结层中效果较好, 比其他 3 组乳化沥青在储存稳定性与路用性能方面更具优势。

关键词: 道路工程; 黏结层; 纳米 SiO₂; 路用性能

中图分类号: U414 **文献标志码:** A **文章编号:** 1673-8020(2023)03-0282-07

沥青路面属于多层层状连续体系结构, 相邻层具有不同的模量、强度、结构等特性^[1-2]。良好的层间黏结才能够保证沥青路面作为均匀复合层工作, 而非各个独立结构层, 从而使沥青路面更有效地吸收并均匀分散应力。因此, 各沥青面层间的黏结性能至关重要^[3-4]。此外, 随着我国西部大开发战略的号召, 公路工程建设重心逐步转移到西部偏远地区, 普通乳化沥青的储存时间较短、储存稳定性不足, 致使存放时间过长而破乳不能使用现象频发, 因而, 工程建设对黏结层的储存性能也提出了更高技术要求^[5]。

目前, 为实现黏结层具备更优异的路用性能, 诸多学者通过研究, 改善了乳化沥青的抗剪切^[6-8]、抗拉拔^[9-11]等路用性能, 但是储存稳定性未有较好改善。此外, 有学者借助 Pickering 乳液, 将经表面改性后的纳米 SiO₂ 颗粒作为乳化剂, 以此进行基质沥青的乳化, 并制备出新型纳米 SiO₂ 乳化沥青, 验证了其具有更优秀的储存稳定性^[12-14], 但在此基础上未进一步开展储存稳定性与路用性能兼具的探索。

因此, 本研究旨在借助纳米 SiO₂ 粒子在黏结层储存稳定性方面的优势, 结合路用性能优异的

高胶乳化沥青, 在保证层间黏结性能符合规范要求的同时, 与纳米 SiO₂ 乳化沥青进行复配, 以期解决当前黏结层在储存稳定性和路用性能不可得兼的问题。

1 实验材料

1.1 纳米 SiO₂ 乳化沥青

1) 沥青

制备纳米 SiO₂ 乳化沥青的 70# 基质沥青, 与用于制备其他乳化沥青的 30# 道路石油沥青, 均为中国石化南京金陵石化产品, 技术指标满足《公路沥青路面施工技术规范》(JTG F40—2004) 要求。

2) 乳化剂

乳化剂选用山东优索化工科技有限公司的 JN-40 碱性硅溶胶溶液, 其中纳米 SiO₂ 固含量为 40%, 平均粒径 28 nm, pH 值为 9~10, 黏度为 2.0~2.5 mPa·s, 密度为 1.1~1.3 g·cm⁻²。

3) 表面改性剂

表面活性剂选用上海特栎材料科技有限公司

收稿日期: 2023-03-01; 修回日期: 2023-04-24

基金项目: 国家自然科学基金(52278442)

通信作者简介: 刘震(1996—), 男, 助理研究员, 工学博士, 研究方向为道路工程新材料研发及无损检测。E-mail: 971416294@qq.com

的己二酸单酰二乙醇胺(简称“缩聚物”)。

4) 其他材料

采用 HCl 溶液(含量为 20%) 作为 pH 调节剂,选用分析纯 NaCl 作为稳定剂,纯度

为 99.5%。

1.2 高胶改性乳化沥青

高胶改性乳化沥青的性能指标见表 1。

表 1 高胶改性乳化沥青性能指标

Tab. 1 Properties of high crumb modified emulsified asphalt

项目	单位	技术要求	检测结果	试验方法	
筛上剩余量(1.18 mm 筛)	%	≤0.1	0.04	T0652—1993	
电荷		阳离子	阳离子	T0653—1993	
蒸发残留物含量	%	≥50	53.0	T0651—1993	
与粗集料的黏附性		>2/3	>2/3	T0654—2011	
针入度(25 °C, 100 g, 5 s)	0.1 mm	≥25	33	T0604—2011	
软化点	°C	≥75	87.0	T0606—2011	
蒸发残留物性质		延度(5 °C)	≥20	71.0	T0605—2011
		布氏黏度(135 °C)	≥8.0	13.43	T0625—2011
		动力黏度(60 °C)	≥20 000	316 032	T0620—2000
储存稳定性	1 d	%	≥1	0.2	T0655—1993
	5 d	%	≥5	1.0	T0655—1993

1.3 其他乳化沥青

1) 普通乳化沥青

普通乳化沥青选用南京天佑交通科技有限公司生产的阳离子乳化沥青,技术指标满足 JTG F40—2004 要求。

2) 乳化沥青 A

乳化剂 A: 选用江苏某厂家的快裂型阳离子 DPR-1 型乳化剂。

3) 乳化沥青 B

乳化剂 B: 阿科玛 PC-10, 黄色固态物, 快裂阳离子乳化剂。

SBS 改性沥青选用中国江苏保利沥青股份有限公司产品。

2 制备乳化沥青

2.1 纳米乳化沥青的制备

1) 纳米 SiO₂ 乳化剂的制备

乳化剂制备参考文献 [11]: 首先将纳米 SiO₂ 碱性硅溶胶乳液加水, 稀释成固含量为 5% 水溶液, 然后将缩聚物加入到隔水保温的纳米 SiO₂ 溶液中, 充分搅拌使纳米 SiO₂ 颗粒充分改性, 最后加入 HCl 将溶液 pH 调整为 3, 并加入稀释水量 15% 的氯化钠, 使溶液稳定性达到最佳。

2) 纳米 SiO₂ 乳化沥青的制备

首先将纳米 SiO₂ 乳化剂保温, 将 70# 基质沥青加热到流动状态, 打开高速剪切机转速保持 3000 r·min⁻¹, 并向乳化剂中加入 70# 基质沥青; 加入的沥青与纳米 SiO₂ 乳化剂质量比为 1:1 时, 停止加入沥青, 并保持高速剪切机继续剪切 20~30 s, 使沥青被充分乳化^[11]。

3) 高胶纳米 SiO₂ 乳化沥青的制备

将纳米 SiO₂ 乳化沥青与高胶改性乳化沥青按一定比例混合, 并用高速剪切机 2000 r·min⁻¹ 剪切 1 min, 使其充分混合均匀, 复配成高胶纳米 SiO₂ 乳化沥青。

2.2 乳化沥青 A 的制备

首先将乳化剂 A 按比例加水稀释成皂液 A 并保温至 50~60 °C, 然后启动胶体磨并用热水预热循环 2 遍, 而后将加热至流动状态的 30# 硬质石油沥青与皂液 A 按质量比 1:1 缓慢加入到胶体磨中, 并保持胶体磨循环 30 s, 最后取出制备好的乳化沥青 A。

2.3 乳化沥青 B 的制备

首先, 将加热至流动状态的 SBS 改性沥青与 30# 硬质石油沥青按照质量比 1:1 比例混合, 制得复配型低标号 SBS 改性沥青。其次, 将乳化剂 B 按比例加入 60~70 °C 的温水中, 充分搅拌、溶解、混合均匀后, 用盐酸调节 pH 值为 2~3, 并保温备用。最后, 将复配低标号 SBS 改性沥青升温

至 160 ℃ 并将沥青和保温的皂液按比例加入到胶体磨中进行乳化,得到低标号 SBS 改性乳化沥青(简称“乳化沥青 B”)。

2.4 纳米乳化沥青配比确定

为充分发挥纳米 SiO₂ 乳化沥青和高胶改性乳化沥青的各自优势,下面将根据蒸发残留物的 3 大指标等基础试验,研究纳米乳化沥青最佳配方,配方方案如表 2。

表 2 纳米乳化沥青性能指标

Tab. 2 Properties of nano-emulsified asphalt

掺加比例/%		试验方法
纳米 SiO ₂ 乳化沥青	高胶改性乳化沥青	
30	70	纳米乳化沥青 A
40	60	纳米乳化沥青 B
50	50	纳米乳化沥青 C
60	40	纳米乳化沥青 D
70	30	纳米乳化沥青 E

对 5 组乳化沥青,进行软化点、延度、针入度等基础性能试验,来探究纳米乳化沥青的最佳配比,试验结果如图 1~3。

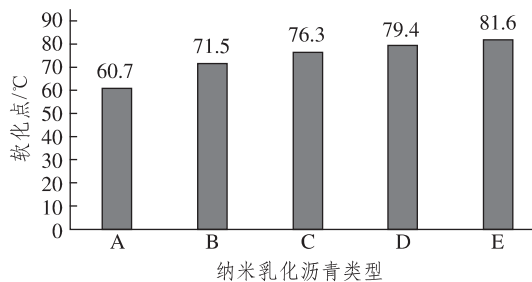


图 1 软化点试验

Fig. 1 Softening point test

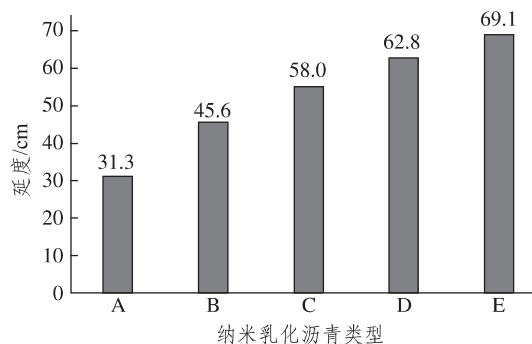


图 2 延度试验

Fig. 2 Ductility test

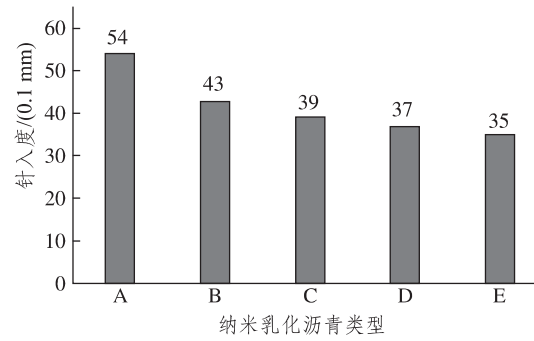


图 3 针入度试验

Fig. 3 Penetration test

根据图 1 可知:随着高胶改性乳化沥青占比不断增加,纳米乳化沥青软化点不断上升,当高胶改性乳化沥青占比分别为 30%、40%、50%、60%、70% 时,纳米乳化沥青软化点分别提升了 8.6、19.4、24.2、27.3、29.5 ℃;同时发现,随着高胶乳化沥青掺量到达 50% 后,纳米乳化沥青软化点提升幅度减缓。因此,根据软化点结果,建议高胶乳化沥青掺量控制在 50%~60%。

由图 2 可知:纳米乳化沥青的延度随着高胶改性乳化沥青占比增加而上升,高胶改性乳化沥青占比分别为 30%、40%、50%、60%、70% 的纳米乳化沥青,比纳米 SiO₂ 乳化沥青的延度分别提升了 23.6、37.9、47.3、55.1、61.4 ℃;这表明高胶乳化沥青对纳米乳化沥青低温柔韧性起到较好的改善效果。因此,根据延度试验结果,建议考虑适当增加高胶乳化沥青占比,以提高纳米乳化沥青的低温柔韧性。

由图 3 可知,高胶改性乳化沥青占比分别为 30%、40%、50%、60%、70% 时的纳米乳化沥青,比纳米 SiO₂ 乳化沥青的针入度分别降低了 8、19、22、25、27(0.1 mm),表明:随着高胶乳化沥青的掺量不断增加,其对纳米乳化沥青体系产生增稠作用,因而改善了沥青的针入度;但高胶乳化沥青占比超过 50% 后,纳米乳化沥青的针入度改善程度减小,这说明不能为了改善纳米乳化沥青的温度敏感性能,不断增加高胶乳化沥青占比,而应将其控制在一定范围内。

根据图 1~3 结合针入度、延度、软化点试验结果考虑,将纳米乳化沥青中的纳米 SiO₂ 乳化沥青和高胶乳化沥青的掺配比定为 1:1,后文中涉及到的纳米乳化沥青均采用该比例。

3 路用性能研究

3.1 基础性能

按照 JTG F40—2004 中对黏结层技术要求, 对上文所述 4 种乳化沥青及其蒸发残留物进行基础指标检测, 结果见表 3。

由表 3 并结合乳化沥青蒸发残留物的 3 大基础指标: 筛上剩余量、蒸发残留物含量、储存稳定性数据来看, 4 种乳化沥青均符合规范要求。

在软化点指标方面, 由于掺加 50% 软化点为 87.0 °C 的高胶改性乳化沥青, 复配后纳米乳化沥青在软化点仍然达到了 76.3 °C, 比普通乳化沥青高出 17.3 °C, 表明其具备优异的高温稳定性, 比乳化沥青 A、乳化沥青 B 在软化点指标上表现更出色。

结合与乳化沥青微粒均质性密切相关的筛上剩余量指标和评价乳化沥青储存性能优劣的储存

稳定性两个指标发现, 纳米乳化沥青这两个指标性能均优于其他 3 种乳化沥青。根据 5 d 储存稳定性试验结果, 纳米乳化沥青仅为 1.2%, 分别比乳化沥青 A、乳化沥青 B、普通乳化沥青低 1.4%、2.0%、3.0%, 充分表明纳米乳化沥青在储存性能方面的潜力。

根据低温储存稳定性结果可知: 纳米乳化沥青的筛网上无粗颗粒, 而其他 3 种乳化沥青筛网上均有粗颗粒, 这表明其纳米粒子形成的界面膜的低温稳定性要优于普通表面活性剂作为乳化剂形成的界面膜, 其他 3 种乳化沥青则在冻融过程中发生了部分破乳。因此, 在低温环境下, 纳米乳化沥青具备更好的储存性能。

从上述基础性能发现, 复配的纳米乳化沥青具备优异的高温稳定性、低温抗裂性与储存稳定性, 可以初步判断纳米乳化沥青作为黏结层的性能较为优异, 具备比其他品种乳化沥青更好的储存潜力与路用性能。

表 3 黏结层用乳化沥青基础指标检测结果
Tab. 3 Test results of emulsified asphalt foundation for bonding layer

项目	单位	技术要求	纳米乳化沥青	乳化沥青 A	乳化沥青 B	普通乳化沥青	
筛上剩余量	%	≤0.1	0.02	0.06	0.04	0.06	
粒子电荷		+	+	+	+	+	
蒸发残留物含量	%	≥50	52.0	51.1	50.8	52.3	
与粗集料的黏附性		>2/3	>2/3	>2/3	>2/3	>2/3	
针入度(25 °C)	0.1 mm	30~100	39	29	61	66	
软化点	°C	≥50	76.3	59.3	71.5	51.0	
动力黏度(60 °C)	Pa·s	≥500	8681	1321	3293	673	
延度(5 °C)	cm	≥40	55.0	8.7	42.8	49.6	
储存稳定性	1 d	%	≤1	0.2	0.4	0.6	0.8
	5 d	%	≤5	1.2	2.6	3.2	4.2
低温储存稳定性		有无粗颗粒	无	少许	少许	有	

注: 技术指标参考黏结层用慢裂 PC-2 阳离子乳化沥青和 PCR 改性乳化沥青中技术指标二者低值。

3.2 层间拉拔强度分析

现有研究表明^[15-16], 评价结构层界面黏结性能通常采用强度指标, 如拉拔强度和剪切强度等。不同测试温度下的黏结层的黏结性能表现不一。因此对制备的 4 种乳化沥青做黏结层, 进行层间拉拔性能测试, 考虑以乳化沥青测试环境温度作为变量进行试验。

4 种乳化沥青的撒布量均采用 0.5 kg·m⁻², 在 20、30、40、50、60 °C 下, 分别进行层间拉拔强度测试, 结果如表 4 所示, 层间拉拔强度随温度变化

曲线见图 4。

表 4 不同环境温度下的层间拉拔强度
Tab. 4 Interlayer drawing strength under different ambient temperatures

测试温度 /°C	纳米乳化沥青 /MPa	乳化沥青 A /MPa	乳化沥青 B /MPa	普通乳化沥青 /MPa
20	1.25	0.86	1.10	0.81
30	0.79	0.50	0.67	0.42
40	0.53	0.31	0.41	0.21
50	0.34	0.15	0.22	0.08
60	0.13	0	0.06	0

由图 4 可知:随着环境测试温度的不断上升,4 种乳化沥青的层间拉拔强度均呈现下降趋势。以 40 °C 数据为例,普通乳化沥青的拉拔强度仅为

0.21 MPa,不满足规范要求;而其他 3 种乳化沥青均符合要求,大小顺序依次为:纳米乳化沥青>乳化沥青 B>乳化沥青 A。

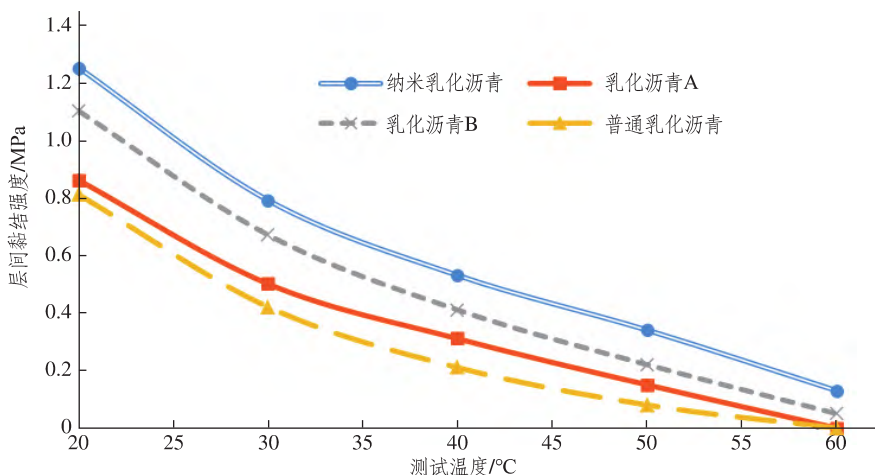


图 4 温度对层间拉拔强度的影响

Fig. 4 Effect of temperature on interlayer drawing strength

在 60 °C 时,纳米乳化沥青的拉拔强度为 0.13 MPa,乳化沥青 B 为 0.06 MPa,而其他两种乳化沥青则为 0,原因在于纳米乳化沥青中高温性能优异的高胶改性沥青的作用结果,保证了纳米乳化沥青也具备优异的高温层间拉拔性能。

3.3 复合件剪切强度分析

根据最佳撒布量,进行不同乳化沥青的撒布,在 20、30、40、50、60 °C 下分别进行层间抗剪强度测试,结果如表 5 所示,变化曲线见图 5。

表 5 不同环境温度下的抗剪强度
Tab. 5 Shear strength under different ambient temperatures

测试温度 /°C	纳米乳化沥青 /MPa	乳化沥青 A /MPa	乳化沥青 B /MPa	普通乳化沥青 /MPa
20	1.78	1.49	1.63	1.35
30	1.01	0.86	0.94	0.67
40	0.79	0.51	0.63	0.32
50	0.41	0.26	0.37	0.10
60	0.18	0.08	0.10	0

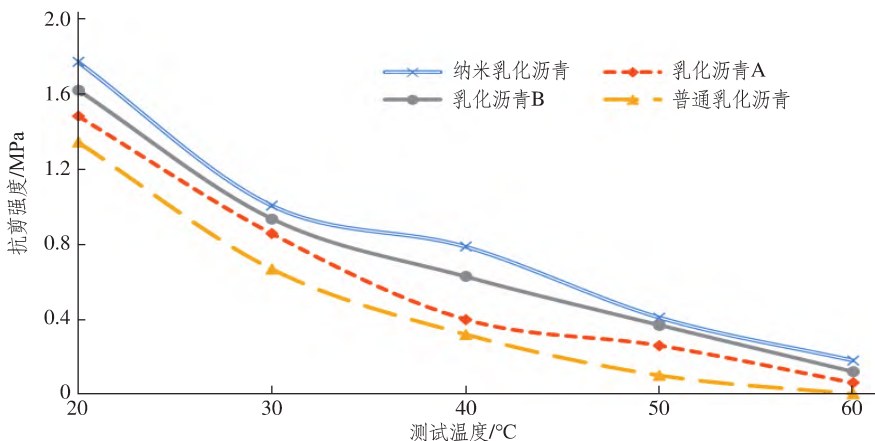


图 5 温度对抗剪强度的影响

Fig. 5 Effect of temperature on shear strength

根据图5可知:随着测试温度的不断上升,4种乳化沥青的层间抗剪强度均不断降低;所有测试温度下,4种乳化沥青抗剪强度由大到小顺序均为:纳米乳化沥青、乳化沥青B、乳化沥青A、普通乳化沥青。

分析与高温性能密切相关的60℃抗剪强度试验结果发现,普通乳化沥青抗剪强度为0MPa,而纳米乳化沥青是0.18MPa,远高于乳化沥青A(0.08MPa)和乳化沥青B(0.1MPa),表明纳米乳化沥青在60℃高温测试环境下,依旧具备优异的高温性能。

4 结语

本文制备了4种乳化沥青,测试其基础性能指标,并在不同温度下对4种乳化沥青的层间拉拔强度、层间抗剪强度的影响进行研究,研究发现:

1) 结合针入度、延度、软化点试验结果,将纳米乳化沥青中的纳米SiO₂乳化沥青和高胶乳化沥青的掺配比定为1:1。

2) 4种乳化沥青的基础性能检测均符合规范对黏结层的指标要求;在储存稳定性及低温储存稳定性方面,纳米乳化沥青优于其他3种乳化沥青,其在储存稳定性方面优势明显。

3) 4种乳化沥青的层间拉拔强度与抗剪强度,均随测试温度的增加而减小;在所有温度下,层间拉拔强度或抗剪强度由大到小顺序均为:纳米乳化沥青、乳化沥青B、乳化沥青A、普通乳化沥青。在60℃时,纳米乳化沥青的抗剪和拉拔性能仍然明显优于其他乳化沥青,表明纳米乳化沥青作为黏结层时具备优异的高温层间黏结性能。

4) 纳米乳化沥青不仅在常规路用性能方面优于其他乳化沥青,而且(低温)储存稳定性方面优势更为突出,表明其能在胜任沥青路面黏结层的同时,延长储存时间和更好适应低温储存环境,在实体工程应用中能够减少因储存稳定性不达标而发生材料弃用的概率,节省工程材料成本。

参考文献:

[1] 敬超,张金喜. 沥青路面性能预测研究综述[J]. 中

外公路,2017,37(5):31-35.

- [2] LIU Z, GU X Y, DONG X Y, et al. Mechanism and performance of graphene modified asphalt: an experimental approach combined with molecular dynamic simulations [J]. *Case Studies in Construction Materials*, 2022, 16: e01749.
- [3] 李丽民,刘卫东,何兆益. 国内外沥青路面设计研究综述[J]. *公路*, 2015, 60(12):44-50.
- [4] LIU Z, SUN L J, GU X Y, et al. Characteristics, mechanisms, and environmental LCA of WMA containing sasobit: an analysis perspective combining viscosity-temperature regression and interface bonding strength [J]. *Journal of Cleaner Production*, 2023, 391:136255.
- [5] 王文峰,吴冬生. 乳化沥青PG性能规范综述与研究进展[J]. *石油沥青*, 2019, 33(3):9-13.
- [6] 郭晓春,季正军,高祥起,等. 沥青路面层间材料路用性能及影响因素研究[J]. *山东交通科技*, 2022(5):58-60.
- [7] 孙建国,谭由容,陈玉洁,等. 关于复合道面层间粘结剂研究[J]. *黑龙江交通科技*, 2021, 44(1):23-24.
- [8] 王晶,杨炎生,郑宗江,等. 基于层间粘结的高黏改性乳化沥青性能评价及应用[J]. *石油沥青*, 2020, 34(4):61-64.
- [9] 闫海波. 沥青路面粘层抗剪切特性研究[J]. *中北大学学报(自然科学版)*, 2018, 39(6):806-812.
- [10] 白文君,孔林,徐浩. 硅烷偶联改性纤维乳化沥青抗剪切及界面结合性能研究[J]. *武汉理工大学学报(交通科学与工程版)*, 2022, 46(5):883-888.
- [11] 陈谦,王朝辉,周璐,等. 中国路用水性环氧材料工作性能研究与应用进展[J]. *长安大学学报(自然科学版)*, 2022, 42(3):26-40.
- [12] 栾轶博,李志刚,刘聪,等. 纳米二氧化硅乳化沥青的制备与Pickering乳化机理分析[J]. *建筑材料学报*, 2020, 23(1):150-155.
- [13] 栾轶博,张庆成. Pickering乳化沥青的制备参数研究[J]. *山东交通科技*, 2018(2):53-56.
- [14] 马秀良. Pickering乳化沥青中的纳米乳化分散技术[J]. *工程建设与设计*, 2017(2):89-90.
- [15] 董海东,麻旭荣,裘秋波,等. 基于斜剪试验的超薄罩面层间黏结性能研究[J]. *公路*, 2022, 67(4):94-97.
- [16] 熊敏. 沥青面层层间黏结材料性能研究[D]. 长沙:长沙理工大学,2021.

Preparation and Road Performance of Nano Emulsified Asphalt Based on Solid Particles

CAO Yuanhao¹, LIU Zhen², ZHANG Yong¹, LI Dapeng¹, LONG Zhenqiang¹

(1. Zhejiang Institute of Communications Co., Ltd., Hangzhou 310000, China;

2. School of Transportation, Southeast University, Nanjing 211189, China)

Abstract: In response to the increasingly serious problems of early diseases such as displacement and potholes in asphalt pavement caused by insufficient pavement performance of the bonding layer, based on Pickering lotion system of solid particle stabilized lotion, nano-SiO₂ emulsified asphalt was prepared firstly, and mixed with high adhesive emulsified asphalt to form nano emulsified asphalt. Then, the optimal formula of nano emulsified asphalt was determined through basic performance tests. Finally, emulsified asphalt A, emulsified asphalt B and ordinary emulsified asphalt were prepared and used as a comparison group for road performance testing. The results indicate that nano emulsified asphalt has significant advantages in storage stability, and the high-temperature stability is superior to the other three types of emulsified asphalt. Preliminary judgment shows that the application of nano emulsified asphalt in the bonding layer has a good effect and it has more advantages in storage stability and road performance compared to the other three groups of emulsified asphalt.

Keywords: road engineering; bonding layer; nano-SiO₂; road performance

(责任编辑 李秀芳)

版权声明

根据《中华人民共和国著作权法》《信息网络传播权保护条例》等法律法规的规定,本刊作如下声明:

1. 作者向本刊投稿,即表明同意将作品的发表权、删改权、信息网络传播权、数字化汇编权、数字化复制权、数字化制品形式(包括光盘、互联网出版物)出版发行权等权利授予本刊,并视同许可本刊官方新媒体免费转载以及与有关数据库的合作(本刊不再另行支付费用)。如不同意以上授权,请在投稿时说明。

2. 本刊刊载的全部编辑内容归《鲁东大学学报(自然科学版)》编辑部所有,非经书面同意,任何单位和个人不得转载、摘编、刊印或以其他方式使用。如有违反,本刊保留一切法律追究的权利。

3. 本刊版面、栏目等受著作权保护,对复制、仿制、假冒者将追究法律责任。

4. 已在本刊发表的论文,本刊具有免费结集出版精华本、合订本以及相关电子产品的权利,有特别声明者除外。

《鲁东大学学报(自然科学版)》编辑部