



脱硫胶粉改性沥青的制备及其高温性能评价研究

董秉瑶, 李博楠

(中交路桥科技有限公司, 河北 石家庄 050011)

摘要:近年来胶粉沥青以其优异的路用性能被广泛应用,但其在制备及施工过程中的高温加热条件下产生污染的情况亟需解决,对胶粉沥青进行“脱硫”能够有效降低污染物的产生,但经脱硫处理后的胶粉沥青高温性能尚无深入研究。文章分析了脱硫胶粉改性沥青的加工制备工艺,通过试验研究不同制备温度对改性沥青三大指标及布式黏度的影响,确定脱硫胶粉改性沥青的黏度-温度特性曲线。在此基础上,选择TFOT试验及高温储存性能衰减试验作为评价其高温耐老化及高温存储稳定性的方法,试验结果表明:经脱硫后的胶粉沥青高温耐老化性能良好,推荐脱硫胶粉的制备温度为170~180℃,储存温度不大于165℃,存储时间不大于24h。

关键词:脱硫胶粉; 改性沥青; 高温性能; 三大指标; 耐老化性

中图分类号:U414

文献标识码:A

文章编号:1673-8993(2024)06-0067-05

doi:10.13402/j.gcjs.2024.06.080

Preparation and evaluation of high temperature properties of desulfurized rubber modified asphalt

DONG Bingyao, LI Bonan

(CCRB Science and Technology Co., Ltd., Shijiazhuang 050011, Hebei, China)

Abstract: In recent years, rubber powder asphalt has been widely used due to its excellent road performance. However, the problem of pollution caused by high-temperature heating during preparation and construction urgently needs to be solved. Desulfurization of rubber powder asphalt can effectively reduce the generation of pollutants. However, there is no in-depth research on the high-temperature performance of rubber powder asphalt after desulfurization treatment. The article analyzes the processing and preparation process of desulfurization rubber powder modified asphalt, and through experimental research on the influence of different preparation temperatures on the three major indicators and fabric viscosity of modified asphalt, determines the viscosity temperature characteristic curve of desulfurization rubber powder modified asphalt. On this basis, TFOT test and high-temperature storage performance decay test were selected as the methods to evaluate its high-temperature aging resistance and high-temperature storage stability. The test results showed that the desulfurized asphalt powder had good high-temperature aging resistance. The recommended preparation temperature for desulfurized asphalt powder is 170-180℃, with a storage temperature not exceeding 165℃ and a storage time not exceeding 24 hours.

Key words: desulfurization powder; modified asphalt; high temperature properties; the three major indicators; aging resistance

近年来,普通胶粉改性沥青以其优异的经济与路用性能被广泛应用^[1]。但在现阶段进一步推

收稿日期: 2024-01-12

作者简介: 董秉瑶(1991—),男,工程师,从事道路工程试验检测工作。

通信作者: 李博楠(1994—),男,工程师,从事道路工程材料研究。

广应用过程中发现,由于改性沥青的生产及施工拌和过程中需要高温加热,产生的大量烟尘及有毒刺激性气体如 H_2S 、 CO 、 SO_2 、间二甲苯等气体严重危害施工人员身体健康及周边生态环境^[2],为了进一步推广胶粉改性沥青的应用,亟需对胶粉改性沥青在高温加热条件下污染物尤其是硫化物生成的控制展开研究。

针对上述问题,国内外学者对如何降低胶粉改性沥青的高温污染问题展开了相关试验,崔丽梅^[3]在胶粉沥青中加入脱硫改性剂,将胶粉中交联碳-硫(C-S)键及硫-硫(S-S)键切断,缩短部分胶粉有机分子链,从而减少改性沥青在加热生产制备及施工过程中产生的含硫有毒气体的产生。董博^[4]对脱硫后的胶粉颗粒与沥青的相容性展开了研究,其试验结果表明经脱硫后的胶粉颗粒在沥青中更易分散且不需溶胀,还能有效的改善了二者的相容性问题。刘国明^[5]对共混成型的胶粉沥青进行了研究,并在其中加入改性剂以起到脱硫作用,并研究了共混制备脱硫胶粉改性沥青的工艺,结果表明采用共混方式加工制备脱硫胶粉能够有效的减少其在高温加热条件硫化物的生成。

综合目前国内外有关如何降低胶粉改性沥青高温条件下产生污染物的有关研究,对其进行“脱硫”是主要的研究方法,但目前国内外尚无针对脱硫胶粉改性沥青在经制备及施工生产阶段加热后的高温性能开展的有关研究,经脱硫加工后的胶粉改性沥青能否延续普通胶粉改性沥青的高温性能乃至予以强化这一问题亟需解决。基于上述分析,本文对脱硫胶粉的加工制备工艺进行研究,对其制备工艺进行了改善,明确制备温度、储存温度等具体指标,填补在此研究领域的空白。在此基础上,对脱硫胶粉改性沥青的高温耐老化性能展开试验分析,以期可为推广脱硫胶粉改性沥青的应用提供数据支持。

1 原材料性能

1.1 沥青

为分析脱硫胶粉在不同基质沥青中对其制备过程及性能变化的影响,本文选用山东滨化 70[#]

(BH-70[#])作为脱硫沥青改性用基质沥青,并选择同样由其作为基质沥青生产的普通橡胶沥青成品(25%胶粉掺量)作为试验对照材料,各项基本性能指标如表 1 所示。

1.2 脱硫胶粉

普通胶粉改性沥青中所采用的废旧轮胎胶粉采用机械研磨加工方式生产,为硫化胶粉,为了达到脱硫效果,常选用机械脱硫、热氧脱硫等方式对橡胶颗粒进行脱硫处理,本文选用纯物理方法即热机械-双螺杆挤出法生产的脱硫胶粉,其表面较未脱硫前更为光滑圆润,毛刺及突出结构明显减少^[5]。脱硫后胶粉各项技术性能指标如表 2 所示。

表 1 试验用沥青基本性能指标

参数	单位	检测结果	
		BH-70 [#]	胶粉改性沥青
针入度(25℃,100 g,5 s)	0.1 mm	71.3	65.100
延度(5 cm/min,15℃)	cm	>100	8.400
软化点	℃	46.4	66.300
60℃动力黏度	Pa·s	166.3	183.500
密度(15℃)	g/cm ³	1.033	1.048
蜡含量(蒸馏法)	%	1.7	1.700
闪点	℃	280	266.000
质量变化	%	0.264	0.181
TFOT后 针入度比	%	75.4	63.9
残留延度	cm	5.3	11.1

表 2 脱硫胶粉各项技术性能指标(质量分数) %

天然橡胶 质量分数	灰分质 量分数	丙酮抽 提物	炭黑质 量分数	橡胶、类橡胶 烃质量分数
27.2	11.3	23.0	25.5	49.8

2 脱硫胶粉改性沥青的加工制备工艺分析

2.1 制备工艺流程

考虑到目前尚无关于脱硫胶粉改性沥青的加工制备工艺,参照普通橡胶改性沥青的制备加工工艺及相关技术规范与流程^[6],并结合脱硫前后胶粉的差异特征,着重从剪切温度、制备时间、转速等制备参数进行控制,结合实际加工生产效果,经调整后的具体工艺流程主要包括:

1) 对基质沥青进行加热,置于 135℃恒温干

燥烘箱中 1 h 备用;

2) 从烘箱中取出基质沥青后迅速放至剪切机拌锅中, 转速调节至 3 500 r/min, 温度调节至 175 ℃, 开启剪切机进行搅拌;

3) 待沥青温度升至 160 ℃时按掺配比例进行胶粉的掺加, 并逐步调高剪切转速至 5 000 ~ 6 000 r/min, 控制搅拌温度不高于 185 ℃, 持续搅拌剪切 60 min 后, 置于 175 ℃烘箱中发育约 60 min, 调节烘箱至 140 ℃备用。

通过上述分析不难看出, 脱硫胶粉改性沥青的制备工艺与普通胶粉沥青存在较大差异, 结合实际情况, 其主要制备工艺参数的对比情况如表 3 所示。

2.2 制备温度影响

相关研究表明^[7], 普通橡胶沥青的各项性能指标变化受其制备加工过程中的最高控制温度影响敏感性较高, 温度过高过低都会影响成品沥青的路用性能。参照普通胶粉改性沥青, 脱硫胶粉改性沥青受制备温度的影响需要进行进一步的研究分析。

结合 2.1 节中的加工制备工艺可以看出, 一般情况下, 脱硫胶粉改性沥青的剪切制拌温度最高在 180 ℃, 实践表明, 当温度低于 150 ℃时, 掺加胶粉后的沥青黏度较大, 因此本次试验选择 150 ~ 160 ℃、160 ~ 170 ℃、170 ~ 180 ℃、180 ~ 190 ℃共计 4 种温度范围作为变量, 选择单一基质沥青 BH-70[#]进行制备, 脱硫胶粉掺量统一选定为 25%。对成品改性沥青进行三大指标及布式黏度试验, 试验结果如表 4 所示。

观察表 3 可以看出, 脱硫胶粉改性沥青的加工制备温度对成品改性沥青的影响显著, 具体表现为: 当最高剪切制备温度在 180 ℃以下时, 改性沥青的三大指标不断上升, 而当温度高于 180 ℃时, 改性沥青发生老化, 改性沥青的三大指标均有一定程度的下降, 即制备温度在 170 ~ 180 ℃左右呈现峰值; 180 ℃下测定的布式黏度则随制备温度的升高不断降低, 参考相关文献可以看出, 当 170 ℃时,

脱硫胶粉改性沥青的黏度可以媲美 185 ℃左右的普通胶粉沥青, 为后期沥青混合料试件的成型温度降低提供了可能。此外, 在试验过程中, 当剪切温度高于 185 ℃后, 剪切拌和过程中沥青开始产生黑色絮状黑烟并散发出刺鼻气味, 因此脱硫胶粉改性沥青的制备温度控制在 170 ~ 180 ℃为宜。

2.3 黏度 - 温度曲线

采用布式黏度计测定按上述标准制备的脱硫胶粉改性沥青在不同温度下的黏度, 建立黏度 - 温度曲线, 试验结果如图 1 所示。

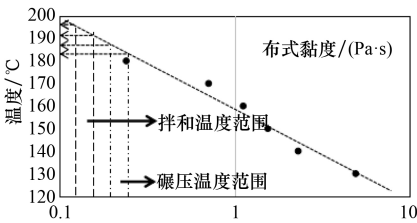


图 1 脱硫胶粉改性沥青黏度随温度变化曲线

根据图 1 可以看出, 脱硫胶粉改性沥青拌和温度范围在 190 ~ 195 ℃范围之间, 适宜的碾压温度范围在 180 ~ 185 ℃之间, 较普通橡胶改性沥青降低约 5 ~ 10 ℃。

3 高温性能试验分析

3.1 TFOT 试验

大量研究表明^[8], 胶粉改性沥青具有良好的耐高温老化性能, 这是由于胶粉改性剂自身中所含有的硫化物、炭黑、过氧化铁及类橡胶产物等成分, 在高温下与基质沥青发生共性混溶作用, 从而改善基质沥青耐老化能力。而经热机械脱硫处理后的胶粉其部分化学成分发生变化, 因此有必要对其耐高温老化性能予以评价。

参照 T0609 试验方法采用薄膜烘箱进行试验, 试验温度选择 (163 ± 1) ℃, 试验时间 5.25 h, 试验结果如表 5 所示。

观察表 5 试验结果可以看出, TFOT 试验后, 脱硫前后胶粉改性沥青耐老化性能均较基质沥青

表 3 脱硫胶粉改性沥青与普通胶粉改性沥青加工制备工艺参数差异对比

项目	胶粉掺量/%	溶胀时间/min	剪切温度/℃	拌和时间/min	转速/(r·min ⁻¹)
脱硫胶粉改性沥青	20 ~ 30	—	160 ~ 180	50 ~ 60	3 000 ~ 6 000
普通胶粉改性沥青	15 ~ 25	30 ~ 60	175 ~ 190	60 ~ 90	5 000 ~ 12 000

表 4 不同最高制备温度下脱硫胶粉改性沥青成品的各项技术性能指标

制备温度/℃	针入度/0.1 mm	软化点/℃	延度/cm	布氏黏度(180℃)/(Pa·s)
150~160	59.400	58.400	84.000	1.553
160~170	68.200	59.500	101.500	1.129
170~180	69.500	60.800	128.500	0.726
180~190	65.400	58.100	95.700	0.350

表 5 TFOT 试验结果

项目	质量变化/%	针入度比/%	残留延度/cm
BH-70#沥青	0.263	55.400	5.300
胶粉改性沥青	0.181	63.900	11.100
脱硫胶粉改性沥青	0.165	63.400	12.400

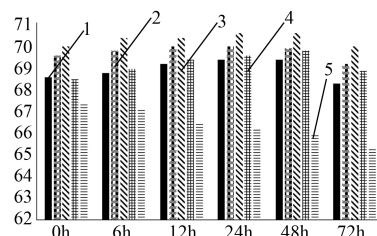
有显著提升;对比脱硫前后胶粉改性沥青 TFOT 后 3 项参数试验结果,脱硫胶粉改性沥青的质量变化与残留延度均优于普通胶粉改性沥青,其中质量变化降低了约 8.8%,残留延度提高了约 6.3%,针入度比与普通胶粉改性沥青基本持平,可以认为其耐高温老化能力较好,能够满足橡胶改性沥青的路用性能要求。

3.2 高温储存稳定性试验

在实际的工程应用中,各种沥青在运抵现场后往往需要在热存储罐中存储一段时间,而胶粉改性沥青的热存储与普通基质沥青有一定的差异,当存储时间过长且温度较低时,一旦待用时突然加热,会发生显著离析现象,因此胶粉改性沥青的存储往往需要采用循环加热的方式进行存储,在这一存储过程中,相当于使改性沥青处于短期老化过程中并发生各项性能衰变,影响胶粉沥青的使用^[9],因此有必要分析不同储存温度及时间对脱硫胶粉改性沥青各项性能产生的影响。

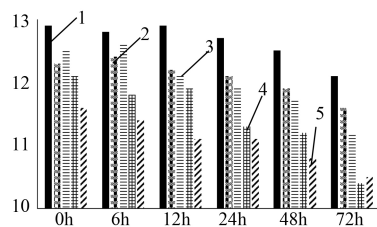
结合《橡胶沥青路面技术标准》(CJJ/T 273-2019)^[10]中关于橡胶沥青存储温度及有关工程实践,对脱硫胶粉改性沥青分别采用 145、155、165、175、185℃这 5 种温度分别进行 6、12、24、48、72 h 存储,不同存储条件下各项性能指标的试验结果如图 2~5 所示。

观察上图试验结果可以看出:脱硫胶粉改性沥青的针入度随存储温度升高出现先增后减的情况,而针入度随储存时间变化则不显著;改性沥青延度则呈现出显著的随温度升高、储存时间增加的衰减



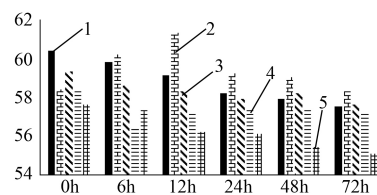
温度/℃: 1—145; 2—155; 3—165; 4—175; 5—185。

图 2 不同储存条件下脱硫胶粉改性沥青针入度 (0.1 mm) 试验结果



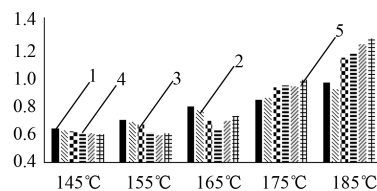
温度/℃: 1—145; 2—155; 3—165; 4—175; 5—185。

图 3 不同储存条件下脱硫胶粉改性沥青延度 (cm) 试验结果



温度/℃: 1—145; 2—155; 3—165; 4—175; 5—185。

图 4 不同储存条件下脱硫胶粉改性沥青软化点 (°C) 试验结果



时间/h: 1—0; 2—6; 3—12; 4—24; 5—72。

图 5 不同储存条件下脱硫胶粉改性沥青黏度 (Pa·s) 试验结果

变化,说明脱硫胶粉改性沥青的脆性随存储温度、时长的提高而显著增加,当存储温度为 185℃时,存储 72 h 后的延度仅为初始延度的 83.2%;同样

出现随存储温度、时长提高而显著降低的还有改性沥青的软化点,基本呈现于其延度变化一致的情况,但脱硫胶粉改性沥青的延度、软化点在 145 ~ 165 ℃ 这一储存温度变化范围内衰减不明显。

随着存储温度的提高,改性沥青黏度变化也较为明显,特别是当温度高于 165 ℃ 后,随着温度的升高,脱硫胶粉改性沥青的黏度显著增大,当处于同一温度且温度较低时,改性沥青的黏度则随储存时间变化变化不明显,而当温度较高时,其黏度则随储存时间的增加而显著提高。由此可见,165 ℃ 可作为脱硫胶粉改性沥青的界限存储温度,当存储温度在低于 165 ℃ 时,其各项性能指标均处于稳定状态,老化现象不明显,而当温度高于 165 ℃ 时,其延度、软化点均有所降低,且黏度显著提升,影响后期使用。因此推荐脱硫胶粉改性沥青的存储温度不宜高于 165 ℃,存储时间以低于 24 h 为宜。

4 结 论

结合普通胶粉改性沥青的加工制备工艺,确定的脱硫胶粉改性沥青加工制备的基本工艺流程及主要控制参数,通过试验确定了改性沥青的加工制备温度在 170 ~ 180 ℃ 为宜;在拟合后的黏度-温度曲线上,确定了脱硫胶粉改性沥青较普通胶粉改性沥青而言具有更低的工艺温度,有利于减少因高温产生的污染。在此基础上,选择 TFOT 试验作为评价脱硫胶粉改性沥青高温耐老化性的评价方法,认为其耐老化能力较好;并通过对不同存储温度、时

间条件下改性沥青的三大指标及布氏黏度试验结果分析,推荐脱硫胶粉改性沥青的储存温度不大于 165 ℃,存储时间不大于 24 h。

参考文献:

- [1] 况栋梁,康秉铎,刘文昌,张洪刚. 脱硫工艺对胶粉改性沥青路用性能影响研究[J]. 公路,2021,66(11): 305-310.
- [2] 王巍. 脱硫胶粉改性沥青混合料路用性能研究[J]. 山东交通科技,2021(4):60-63.
- [3] 崔丽梅. 脱硫胶粉改性沥青性能研究[J]. 化工设计通讯,2021,47(4):69-71.
- [4] 董博. 脱硫胶粉改性沥青特性及其混合料性能研究[D]. 西安:西安科技大学,2020.
- [5] 刘国明. 共混胶粉改性沥青性能及作用机理研究[D]. 西安:西安科技大学,2020.
- [6] 任文芳. SBS/胶粉复合改性沥青的储存稳定性探究[J]. 公路交通科技(应用技术版),2020,16(3):17-20.
- [7] 董大伟,董进学,江宽,等. 脱硫胶粉在乳化改性沥青中的应用[J]. 合成橡胶工业,2020,43(1):48-53.
- [8] 何青蓬. PE-脱硫橡胶复合改性沥青制备及改性机理分析[D]. 重庆:重庆交通大学,2018.
- [9] 王枫成. 脱硫胶粉改性沥青高温稳定性能影响因素分析[J]. 公路,2017,62(11):231-234.
- [10] 赵安东. 双螺杆挤出机制备脱硫橡胶及脱硫橡胶改性沥青的性能和机理研究[D]. 北京:北京化工大学,2015.

本刊编辑部版权许可声明

本刊已许可中国学术期刊(光盘版)电子杂志社、万方数据电子出版社、重庆维普资讯有限公司、超星学术期刊“域出版”等第三方平台在其系列数据库产品中以数字化方式复制、汇编、发行、信息网络传播本刊编辑出版的文章。本刊不收取版面费、专家审稿费(相关著作权许可使用费与审稿费相抵,不再另行支付),对优质稿件支付稿酬。作者向本刊提交文章发表的行为视为同意上述许可声明,如有异议请来稿说明,本刊将作适当处理。