

仓储式橡胶沥青零剪切粘度的确定

李强¹, 许晔², 吴建涛³

(1. 重庆市设计院, 重庆 400015; 2. 无锡轨道交通发展有限公司; 3. 河海大学土木与交通学院, 南京, 210098)

摘要:首先,运用低频率震荡测试法对基质沥青、仓储式橡胶沥青及其 RTFOT 短期老化产物进行了测试;其次,运用图形外延法、Cross 模型拟合法及 Carreau 模型拟合法对各材料的零剪切粘度进行了测定;最后,对基质沥青进行了蠕变恢复试验,通过蠕变阶段和恢复阶段沥青的应变响应的计算,得出了静态施载作用下基质沥青的零剪切粘度。研究表明:基质沥青在低频震荡测试中,随着频率的降低会进入粘度稳定阶段,可以用图形外延法得到零剪切粘度;然而对于 RTFOT 老化后的橡胶沥青,在测试条件下未进入粘度稳定阶段,无法通过图形外延法测算零剪切粘度;由 Cross 模型拟合的结果都大于同样材料 Carreau 模型拟合结果。

关键词:橡胶沥青;零剪切粘度;车辙因子;拟合模型;蠕变恢复

中图分类号:U416.217

文献标志码:A

文章编号:1674-4764(2012)S1-0065-03

The Determines for the Warehouse Type Rubber Zero Shear Viscosity of Asphalt

Li Qiang¹, Wu Jiantao²

(1. Institute of Chongqing, Chongqing400015; 2. Wuxi City Traffic Development Company Limited;

3. School of HeHai University in civil engineering and transportation, Nanjing, Jiangsu,210098)

Abstract:First of all, using the low-frequency vibration test on asphalt, rubber asphalt warehouse and their RTFOT Short-term aging products have been tested;Secondly, application of graphic epitaxial method, Cross model and Carreau model fitting for various materials Zero shear viscosity were determined;finally, the creep of matrix asphalt recovery test, creep through phase and recovery phase of asphalt strain response calculation, obtained under the action of static Shi Zai matrix zero shear viscosity of asphalt. The study shows that: Matrix asphalt in low frequency vibration test, with the lower frequency will enter the viscosity stable stage, can use graphical extrapolation method to get the zero shear viscosity; however for RTFOT after aging of asphalt rubber, in a test condition did not enter the viscosity stability phase, not through a graphical extension method to calculate the zero shear viscosity; by Cross model fitting results greater than the same material Carreau model fitting results.

Key words:Asphalt rubber, zero shear viscosity, rut factor, fitting models, creeping recovery

沥青路面的高温抗车辙性能一直是道路研究人员关注的重点。在抵抗高温变形中,沥青胶结料的性能起着关键性作用,对沥青胶结料高温稳定性进行科学的评价是改进沥青道路高温抗车辙性能的关键前提。美国战略公路研究计划(SHRP)提出了通过动态剪切流变(DSR)试验,计算在震荡频率为 10 r/s 时的车辙因子 $G^* / \sin \delta$, 并以此来评价沥青胶结料高温抗车辙性能^[1]。对基质沥青,其车辙因子与混合料高温抗车辙试验结果有较好的相关性,然而对于现在应用非常广泛的聚合物改性沥青,研究表明车辙因子会极大地低估材料的抗车辙性能^[2,3]。这主要是由于聚合物的加入增加了胶结料的延迟弹性,使得在固定温度、固定频率测试条件下所得的车辙因子 $G^* / \sin \delta$ 无法将震荡测试中因永久变形损失的能量单独区分出来^[4],因此存在很大的误导性。

近年来,零剪切粘度(ZSV)由于能更有效地表征沥青胶结料(特别是聚合物改性沥青)的高温抗车辙性能,因此得到了世界各国研究者的广泛关注。零剪切粘度是指在剪切变

形中,沥青胶结料在剪切速率接近零时的粘度。由于剪切速率非常低,胶结料在整个剪切变形过程中能够不断地自我调整达到平衡状态,这极大地消除了延迟弹性的影响,使得胶结料流变性能主要体现为粘性流动,而这种纯粘性的流动很好地表征了在荷载长期作用下胶结料永久变形特性。

文章运用不同的零剪切粘度测定方法,对某基质沥青、某仓储式橡胶沥青及它们的短期老化产物进行了零剪切粘度研究。

1 零剪切粘度测试方法

1.1 静态蠕变测定法

在蠕变试验中,沥青胶结料在某恒定荷载作用下产生了由弹性部分、延迟弹性部分及粘性部分组成的综合变形。当蠕变时间足够长时,胶结料变形将会达到以粘性流动为主导的稳定阶段,而由此阶段所得的沥青胶结料柔量随时间变化曲线的斜率与胶结料零剪切粘度成反比,采用式(1)表示。

$$ZSV = \lim_{t \rightarrow \infty} \left(\frac{dt}{dJ_c} \right) \quad (1)$$

式中, J_c 为沥青胶结料蠕变柔量, t 为时间。

蠕变试验中, 沥青胶结料达到蠕变稳定阶段所需时间会随着其种类的不同而有极大的差异。普通沥青所需时间一般较短, 然而对于有些胶结料(特别是聚合物改性沥青), 其达到稳定阶段所需时间会非常长, 部分改性沥青甚至永远无法达到稳定状态^[5]。另外, 即使在非常小的应力荷载作用下, 长时间的剪切变形也会使胶结料内部产生过大应变, 进而破坏其微观结构, 大大影响测试的精确性和重复性。

1.2 蠕变恢复测定法

当把作用在沥青胶结料上的蠕变剪切应力撤去时, 蠕变期间的弹性变形将立刻恢复, 而延迟弹性变形也将逐渐恢复, 当恢复过程中变形(或柔量)达到一稳定值时, 其所对应的即为蠕变过程中发生的粘性流动总和, 而零剪切粘度则可由式(2)得

$$ZSV = \lim_{t \rightarrow \infty} \left(\frac{t_c}{J_r(t)} \right) \quad (2)$$

式中, J_r 为恢复过程中胶结料柔量, t_c 是蠕变总时间。

在以蠕变恢复测定法确定沥青胶结料零剪切粘度时, 并不需要达到蠕变稳定, 因此可以大大缩短蠕变过程的时间, 这也就减小了蠕变过程中胶结料的应变, 避免了因变形过大造成的微观破坏。

1.3 低频率正弦振荡测定法

研究发现, 当振荡频率接近 0 Hz 时, 可近似认为沥青胶结料复合粘度及为零剪切粘度值, 即:

$$ZSV = \eta^* (\omega) = \lim_{\omega \rightarrow 0} (J^* (\omega) \cdot \omega)^{-1} \quad (3)$$

式中, η^* 为沥青胶结料复合粘度, J^* 为沥青胶结料复合柔量。

对不同剪切频率下的复合粘度值进行扫描, 得出复合粘度随剪切频率的变化曲线, 曲线向低频率方向进行外延即可得到 ZSV 值。对于大多数的非改性沥青来说, 在较高温度下进行低频率剪切时均表现出牛顿流体特性, 粘度值相对于剪切速率趋向稳定, 这种情况下由外延法得到 ZSV 是可行的。

然而, 以上图形外延法对改性沥青并不适用, 这是因为在现有实验条件下, 随着频率的降低聚合物改性沥青很难达到复合粘度的稳定状态, 因此需要采用流变学模型拟合 ZSV。比较常用的用于拟合 ZSV 的模型有 Cross 和 Carreau 模型。

Cross 模型描述了伪塑性非牛顿流体的应力应变关系, 如式(4)

$$\eta^* = \frac{\eta_0 - \eta_\infty}{1 + (K\omega)^m} + \eta_\infty \quad (4)$$

式中, η^* 是复合粘度, η_0 为零剪切粘度 ZSV, η_∞ 为剪切速率很大时粘度达到的最小值, 称为第二牛顿流区域粘度, ω 为稳定状态的剪切速率, K 为常数, 具有时间量纲的材料参数, m 为常数, 无量纲材料参数。

对于一般测试条件(如测试频率在 0.1—100 Hz), 可假设 $\eta_0 \gg \eta^* \gg \eta_\infty$, 于是 Cross 模型可简化为

$$\eta^* = \frac{\eta_0}{1 + (K\omega)^m} \quad (5)$$

Carreau 模型表达式为

$$\eta^* = \frac{\eta_0 - \eta_\infty}{(1 + (K\omega)^2)^{\frac{m}{2}}} + \eta_\infty \quad (6)$$

与 Cross 模型类似, Carreau 模型可简化为

$$\eta^* = \frac{\eta_0}{(1 + (K\omega)^2)^{\frac{m}{2}}} \quad (7)$$

在应用于沥青胶结料领域之前, Cross 模型和 Carreau 模型在聚合物材料行业就已经得到了非常广泛的应用。Hieber 和 Chiang^[6]指出, Cross 模型更适合内部组分分布较宽且均匀的聚合物, 而 Carreau 模型对内部组分分布较集中的聚合物更有适用性。

2 橡胶沥青零剪切粘度的测试

2.1 实验材料及方法

该研究所用实验材料包括 PG70-22 基质沥青、仓储式橡胶沥青(PG70-22 基质沥青 + 20% 40 目胶粉)以及它们的 RTFOT 短期老化产物。

首先在动态剪切流变仪(DSR)25 mm 测试片进行 65 °C、低频率(0.1—100 Hz)震荡实验的基础上, 运用图形外延法、Cross 模型和 Carreau 模型拟合法测定了以上各材料的零剪切粘度。同时, 对未老化的 PG70-22 基质沥青, 该研究运用蠕变恢复测定法, 分别从蠕变阶段(325 s)与恢复阶段(1 800 s)计算出了其在 65 °C 时的零剪切粘度。

2.2 实验结果与分析

图 1 和图 2 分别为运用 DSR 对基质沥青和仓储式橡胶沥青进行低频率震荡测试结果, 测试采用的应变控制为 5%, 以保证材料在测试过程中处于粘弹性范围。根据图 2 显示的测试结果, 对于经过 RTFOT 老化后的橡胶沥青, 在该研究测试频率范围内并未出现粘度稳定状态, 因此无法进行图形外延法确定其零剪切粘度。通过对仓储式橡胶沥青老化前后相位角的对比可以发现, RTFOT 老化后其相位角的减小远远大于基质沥青, 说明在胶粉与人工老化的共同作用下, 橡胶沥青的弹性成分所占比重增加显著, 这也导致了其无法在该测试频率范围内达到粘度稳定状态。

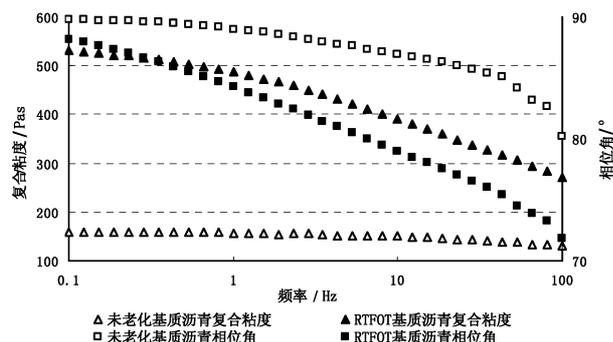


图 1 PG70-22 基质沥青频率扫描结果

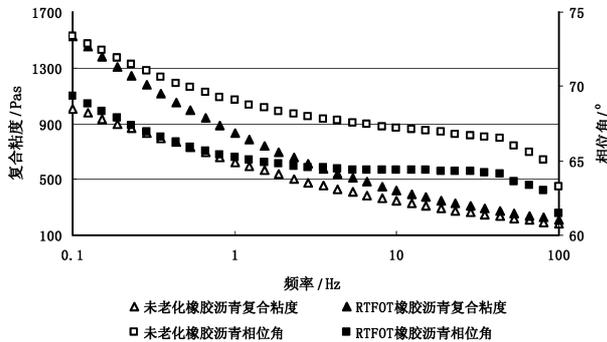


图 2 仓储式橡胶沥青频率扫描结果

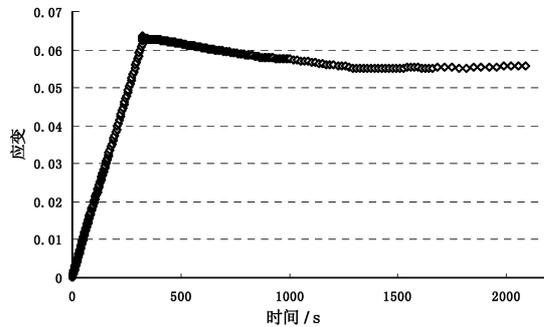


图 3 未老化基质沥青蠕变恢复测试中的应变响应

研究中,由于仓储式橡胶沥青在蠕变过程中无法达到稳定的粘性流动状态,因此只对未老化的基质沥青进行了蠕变恢复测试,图 3 为该沥青在此测试中的应变响应。可以发现,虽然研究中蠕变测试只进行了 325 s,但几乎从实验的初始阶段开始其应变响应已经与施载时间形成了线性关系,说明在较高温度下,该基质沥青的变形基本都是不可恢复的粘性变形,因此可以运用此阶段的应变响应计算出零剪切粘度。而图中 1 300 s 以后的应变基本保持不变,这就说明蠕变过程中发生的延迟弹性已经基本恢复,剩余的应变即为蠕变过程中发生的粘性流动总和。

表 1 总结了由不同方法测定的各种材料零剪切粘度,从基质沥青的测试结果可以看出,由蠕变阶段算得的零剪切粘度与低频震荡测试中图形外延法和 Carreau 拟合所得的结果较接近;而有恢复阶段算得的零剪切粘度与用 Cross 模型拟合所得的结果较接近。另外,由 Cross 模型拟合的结果都大于同样材料 Carreau 模型拟合结果。同时,通过对表 1 中基质沥青与橡胶沥青数据的比较,以及同样材料 RTFOT 短期老化前后零剪切测试结果的比较,可以证明胶粉的加入以及实验室人工老化都能引起沥青胶结料零剪切粘度的增加,这对沥青道路抗车辙能力的提高是有利的,其中短期老化的作用尤为明显。

表 1 不同方法测定 ZSV 对比

| 沥青胶结料 | 基质沥青 /(Pa · s ⁻¹) | 橡胶沥青 /(Pa · s ⁻¹) | RTFOT 基质沥青 /(Pa · s ⁻¹) | RTFOT 橡胶沥青 /(Pa · s ⁻¹) |
|-------------|----------------------------------|----------------------------------|----------------------------------------|----------------------------------------|
| 蠕变阶段算得的 ZSV | 169.5 | 2 624.4 | — ^a | — |
| 恢复阶段算得的 ZSV | 190.4 | 2 638.0 | — | — |
| 图形外推 | 158.0 | X ^b | 530.0 | X |
| 低频震荡 | | | | |
| Cross 拟合 | 160.6 | 1 773.1 | 556.5 | 5 019.2 |
| Carreau 拟合 | 157.8 | 1 054.7 | 519.2 | 1 765.6 |

注:^a—未进行试验;^b—方法不适用。

3 结论

文章通过对某基质沥青、某仓储式橡胶沥青及它们的 RTFOT 短期老化产物进行了低频率震荡测试,并在此基础上运用图形外延法、Cross 模型拟合法及 Carreau 模型拟合法计算了各材料的零剪切粘度;同时对基质沥青还进行了蠕变恢复试验,并分别根据蠕变阶段和恢复阶段沥青的应变响应计算出了零剪切粘度。通过对测试结果的研究发现:1)由蠕变阶段算得的零剪切粘度与低频震荡测试中图形外延法和 Carreau 拟合所得的结果较接近;而有恢复阶段算得的零剪切粘度与用 Cross 模型拟合所得的结果较接近;2)由 Cross 模型拟合的结果都大于同样材料 Carreau 模型拟合结果;3)胶粉的加入以及实验室人工老化都能引起沥青胶结料零剪切粘度的增加,这对沥青道路抗车辙能力的提高是有利的,其中短期老化的作用尤为明显。

参考文献:

[1] Superior Performing Asphalt Pavements. The product of the SHRP Asphalt Research Program(SHRP-A-410)[R]. National Research Council,1994.

[2] Shenoy A. Model-fitting the master curves of the dynamic shear rheometer data to extract a rut-controlling term for asphalt pavements[J]. ASTM Journal of Testing and Evaluation, 2002,30(2):95-102.

[3] Smith B J, Hesp S. Crack pinning in asphalt mastic and concrete: effect of rest periods and polymer modifiers on the fatigue life[C]. In: Proceedings of the 2nd Euroasphalt & Eurobitume Congress, Barcelona, 2000,539-545.

[4] Bahia H U, Hanson D I, Zeng M, et al. Characterization of modified asphalt binders in Superpave mix design[R]. National Cooperative Highway Research Program Report 459, Washington D. C.,2001.

[5] Desmazes C, et al. A protocol for reliable measurement of zero-shear viscosity in order to evaluate the anti-rutting performance of binders[C]. Proc. Eurasphalt & Eurobitume Congress, 2000(1):203-211.

[6] Hieber C A, Chiang H H. Some correlations involving the shear viscosity of polystyrene melts[J]. Rheologica Acta, 1989(28): 321-332.