

文章编号:1673-5005(2011)05-0152-05

# 再生剂制备技术及再生沥青的评价

李振海<sup>1</sup>, 王国峰<sup>2</sup>, 魏建明<sup>2</sup>

(1. 山东省高速路桥养护有限公司, 山东 济南 250021; 2. 中国石油大学 重质油国家重点实验室, 山东 青岛 266555)

**摘要:**以中海 SZ36-1 减三线馏分油为原料,经糠醛抽提方法制备富芳再生剂调和组分,并与中海 AH-90 沥青调和制备符合 SH/T 0819-2010 标准的 5 种再生剂产品,考察 5 种再生剂对老化沥青的再生性能。结果表明:SZ36-1 减三线馏分油经糠醛抽提得到的高芳抽出油符合 SH/T 0819-2010 规定的 RA5 再生剂的各项指标要求,可以作为再生剂开发的优质原料;SZ36-1 抽出油与 AH-90 沥青按不同比例复配可以制备出黏度等级分别为 RA25、RA75、RA250 和 RA500 的再生剂;含有沥青组分的再生剂制备的再生沥青,其短期抗老化性能和长期抗老化性能均优于参比沥青,不仅满足产品的技术要求,还表现出良好的应用性能。

**关键词:**沥青;再生剂;制备;评价

中图分类号:TE 626.28

文献标志码:A

doi:10.3969/j.issn.1673-5005.2011.05.029

## Preparation of recycling agent and evaluation on recycled asphalt

LI Zhen-hai<sup>1</sup>, WANG Guo-feng<sup>2</sup>, WEI Jian-ming<sup>2</sup>

(1. Shandong Luqiao Group Company, Jinan 250021, China;

2. State Key Laboratory of Heavy Oil Processing in China University of Petroleum, Qingdao 266555, China)

**Abstract:** CNOOC SZ36-1 vacuum distillate cut was refined by furfural extraction method and the high-aromatics recycling agent ingredients were obtained. Five kinds of recycling agents that meet the requirements of RA25 to RA500 in SH/T 0819-2010 standard were prepared. The recycling performances of the recycling agents were studied. The results indicate that the extracted oil with high-aromatics content, which was prepared from SZ36-1 vacuum distillate cut via furfural extraction, meets the RA5 recycling agent of SH/T 0819-2010 standard. And it can be utilized as the good raw material of recycling agent. The recycling agents of RA25, RA75, RA250 and RA500 can be produced through different formulations between SZ36-1 extracted oil and AH-90 asphalt. The recycled asphalts obtained by recycling agents containing a certain amount of virgin asphalt have better anti-aging property than that of extraction of SZ36-1 distillate as well as the reference asphalt AH-70. The recycling agents obtained meet the specification of products and show good application performance.

**Key words:** asphalt; recycling agent; preparation; evaluation

石油沥青路面在长期使用过程中,受到车辆荷载反复作用的同时,还会受到雨雪、温度、阳光等自然因素的影响,因而会发生一系列物理和化学变化,出现变硬、变脆、开裂等现象并影响行车,即发生了沥青的老化。对老化沥青路面进行铣刨抛弃,然后用新的沥青混合料进行重新铺筑,这会产生相当数量的沥青混合料废弃物<sup>[1-5]</sup>,通过添加沥青再生剂可使废弃物重新利用<sup>[6-10]</sup>。针对 SH/T 0819-2010 热拌再生剂的要求,开发符合标准且再生效率高、抗老化性能优越的再生剂产品极为迫切<sup>[11-12]</sup>。笔者通

过再生剂原料的制备、再生剂的调制与评价,考察再生剂再生性能,得到符合 SH/T 0819-2010 热拌再生剂的再生剂产品和生产工艺。

## 1 再生剂原料与分析方法

沥青在老化过程中会损失较多的芳香分<sup>[13]</sup>,再生剂组分要求具有较高含量的芳香分,可通过对某些石油馏分进行溶剂抽提的方法获得,同时采用调和方法使之符合相关标准。

收稿日期:2011-06-08

基金项目:中海油气开发利用公司“AH-50 硬质沥青生产技术升级”项目(2009ZY-JSFW-SYDX-020)

作者简介:李振海(1960-),男(汉族),山东济南人,高级工程师,研究方向为沥青路面养护材料。

## 1.1 再生剂原料

本试验中溶剂精制选用的原料为SZ36-1原油生产的减三线馏分油,色度值为3.5号,20℃密度为0.9536 g/cm<sup>3</sup>,60℃运动黏度为214.6 mm<sup>2</sup>/s,芳香烃碳原子质量分数  $w_A = 22\%$ ,链烷烃碳原子质量分数  $w_P = 39\%$ ,环烷碳原子质量分数  $w_N = 39\%$ 。

选用精制溶剂为糠醛,相对分子质量为96.08,20℃密度为1.159 g/cm<sup>3</sup>,常压沸点为161.7℃,熔点为-38.7℃,闪点为56℃。

## 1.2 分析方法及产品标准

四组分、黏度、密度的测定均按照现行国家标准或行业标准进行。

采用SH/T 0725-2002石油绝缘油碳型组成计算方法测定油品黏度、密度、折光率等,油品的密度常数  $\gamma_{GC}$  和折光度  $R_1$  的计算公式为

$$\gamma_{GC} = \frac{\rho_{15.6} + 0.087 - 0.776 \lg(10\gamma - 4)}{1.082 - 0.72 \lg(10\gamma - 4)}, \quad (1)$$

$$R_1 = N_p^{20} - \rho_{20} / 2. \quad (2)$$

式中, $\rho_{15.6}$ 为油品15.6℃时的密度; $\gamma$ 为油品37.8℃时的运动黏度,mm<sup>2</sup>·s<sup>-1</sup>;  $N_p^{20}$ 为20℃时的折光率; $\rho_{20}$ 为油品在20℃时的密度。

再由  $\gamma_{GC}$  和  $R_1$  从关系图中查得  $w_A$ 、 $w_P$ 、 $w_N$ 。

## 1.3 老化试验

再生剂及再生沥青的老化试验(薄膜烘箱试验,TFOT)采用GB/T 5304-2001石油沥青薄膜烘箱试验法进行,压力老化测定采用SH/T 0774-2005沥青加速老化试验(PAV)法进行。

## 1.4 产品标准

本研究执行标准为SH/T 0819-2010,其技术要求见表1。

表1 热拌用沥青再生剂技术要求

Table 1 Specification for hot-mixing recycling agents

等级	60℃运动黏度/(mm <sup>2</sup> ·s <sup>-1</sup> )	闪点/℃	饱和分质量分数/%	外观	黏度比误差/%	质量误差/%
RA1	50~175	>220	<30		3	3
RA5	176~900	>220	<30	表面均匀,无分层现象	3	4
RA25	901~4500	>220	<30		3	4
RA75	4501~12500	>220	<30		3	3
RA250	12501~37500	>220	<30		3	3
RA500	37501~60000	>220	<30		3	3

60℃黏度按SH/T0654规定的方法测试,但必须将测试温度调整为60℃;密度为实测值;黏度比定义为薄膜烘箱试验后样品黏度与薄膜烘箱试验前样品黏度之比。

## 2 实验结果分析

### 2.1 再生剂调组合分的制备

采用5种不同抽提条件下得到的富芳抽出油作为再生剂调和组分,原料及5种抽出油的性质见表2。

表2 溶剂精制试验结果

Table 2 Experimental results of solvent extraction

样品编号	$w_A$ /%	饱和分质量分数/%	$\rho_{20}$ /(g·cm <sup>-3</sup> )	60℃运动黏度 $\gamma$ /(mm <sup>2</sup> ·s <sup>-1</sup> )
原料	22	55.7	0.954	224.9
1	32	41.0	0.991	288.6
2	35	47.8	0.980	251.8
3	36	47.2	0.986	250.6
4	46	26.5	0.998	443.3
5	47	17.0	1.020	7666.6

溶剂抽提的目的是使芳香分最大限度地富集到再生剂调和组分中。由表2可知:不同条件下得到再生剂调和组分的  $w_A$  值不同,由原料的22%逐渐提高,在样品5时达到47%,相应其饱和分从原料的55.7%逐渐降低,在样品5时降低到17.0%;同时与再生剂性质相关的指标如密度、黏度也呈现规律性变化。其中,样品4饱和分的含量满足SH/T081-2010中小于30%的规定,且黏度较低,因而用作后续再生剂制备的调和组分。

### 2.2 再生剂调制与评价

为获得SH/T 0819-2010中从RA5到RA500各个黏度等级的再生剂,需要对实验制备的再生剂调和组分进行调和,具体方法是在其中添加适当比例的新鲜软沥青,从而得到不同黏度等级的再生剂产品和配方。

以表2中4号样品和AH-90作为调和组分,调和比例与黏度对数的关系见图1。

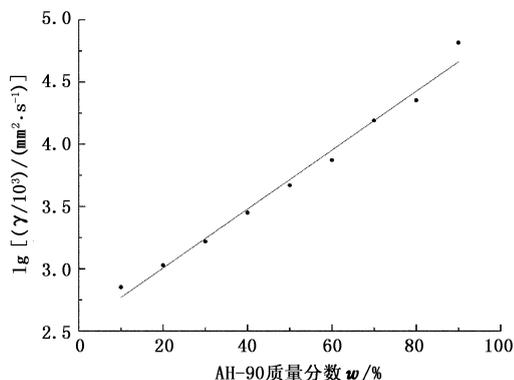


图1 4号样品与AH-90调和后黏度与AH-90添加量的关系

Fig. 1 Relationship between viscosity of mixtures and content of AH-90 for No. 4 sample

由图1可以看出,调和所得混合物60℃运动黏度的对数值 $\lg(10^3\gamma)$ 与AH-90的质量分数有很好的线性关系,可以作为不同黏度等级再生剂制备的依据。根据SH/T 0819-2010中对于不同黏度等级的限定,选择在样品4中添加AH-90,比例分别为30%、60%、80%、87%,制备黏度等级分别满足RA25、RA75、RA250和RA500的再生剂Ra、Rb、Rc、Rd。同时,未经调和的样品4作为再生剂R4,以考查调和过程对再生剂各指标的影响,再生剂的性质分析数据见表3。由表3可知,调和得到的再生剂的各项指标分别满足SH/T 0819对相应黏度等级再生剂的限定。

表3 5种再生剂性质及测定方法

Table 3 Properties and determination of five recycling agents

再生剂	调和组分质量分数/%	60℃运动黏度 $\gamma/(\text{mm}^2 \cdot \text{s}^{-1})$	20℃密度 $\rho_{20}/(\text{g} \cdot \text{cm}^{-3})$	饱和分质量分数/%	薄膜烘箱试验	
					黏度比	质量分数变化/%
R4	100	767	1.020	17.0	1.62	-2.10
Ra	70	1648	1.035	24.0	2.05	-0.66
Rb	40	7448	1.046	21.6	1.80	-0.25
Rc	20	18930	1.054	19.9	1.72	-0.20
Rd	13	50100	1.063	19.4	1.77	-0.20

### 2.3 再生沥青的制备及评价

采用吹风氧化法制备老化沥青。老化沥青的25℃针入度为 $32 \times 0.1 \text{ mm}$ ,软化点为58℃,60℃时的黏度为 $1.2809 \text{ kPa} \cdot \text{s}$ ,饱和分、芳香分、胶质、沥青质的质量分数分别为19.2%、29.1%、40.9%和10.8%。

以表3中的5种再生剂与老化沥青进行调和,以

AH-70作为目标产品进行再生试验,得到5种再生沥青,其与目标沥青AH-70的性质数据见表4。

由表4可知,通过调整不同黏度等级再生剂在相应再生沥青中的添加比例,得到的再生沥青各项指标均与参比AH-70相当,并满足重交通道路沥青GB/T 15180中对AH-70的技术要求。

采用不同黏度等级的再生剂制备相同针入度等级的再生沥青时,再生剂的用量不同,在制备过程中会出现黏度等性质的差异。这种差异可以用来表征不同再生剂对同一老化沥青的再生效率。目标黏度法是目前采用较多的方法,因为黏度作为不可直接加和的物理量,其在沥青再生后可能与预先设定的黏度出现差别,这种差别可以通过目标黏度公式体现出来<sup>[14-15]</sup>。目标黏度公式为

$$\lg \mu = x_1 \lg \mu_1 + x_2 \lg \mu_2 + x_1 x_2 G_{12} \quad (3)$$

式中, $\mu$ 、 $\mu_1$ 、 $\mu_2$ 分别为再生沥青、老化沥青和再生剂在某一温度下的黏度; $x_1$ 、 $x_2$ 分别为老化沥青与再生剂在再生沥青体系中的组成; $G_{12}$ 为黏度修正系数。再生剂与老化沥青混合后与预先计算的黏度出现的差值可以通过修正系数 $G_{12}$ 体现出来,因而可以称为此种再生剂对该老化的再生系数。修正系数 $G_{12}$ 表明在一定的再生剂与老化沥青混合比例和某一温度下,再生沥青黏度计算值与实验测定值的偏差。这个值越大,说明对于一种老化沥青,选用的再生剂再生后黏度与计算值的偏差越大,因此 $G_{12}$ 可以作为沥青再生剂的选择以及配比的重要依据。各种再生沥青的黏度及 $G_{12}$ 见表5。

表4 再生沥青和AH-70性质分析数据

Table 4 Analytical data on properties of recycled asphalts and AH-70

再生沥青	老化沥青质量分数/%	再生剂质量分数/%	老化前				薄膜烘箱试验				加速老化试验				
			25℃针入度/ $0.1 \text{ mm}$	15℃延度/ $\text{cm}$	软化点/ $^{\circ}\text{C}$	60℃黏度/ $(\text{Pa} \cdot \text{s})$	针入度比/%	软化点/ $^{\circ}\text{C}$	15℃延度/ $\text{cm}$	质量变化/%	黏度比	针入度比/%	软化点/ $^{\circ}\text{C}$	15℃延度/ $\text{cm}$	黏度比
			A-R4	90	10	70	>150	48.2	332.2	65	51.7	90	-0.06	1.7	0.40
A-Ra	88	12	71	>150	48.0	180.0	73	52.0	>150	-0.10	1.6	0.49	59.3	13.0	6.0
A-Rb	79	21	72	>150	46.5	183.0	79	51.2	>150	-0.09	1.6	0.51	57.0	16.0	4.0
A-Rc	56	44	72	>150	46.9	178.0	80	51.6	>150	-0.09	1.9	0.48	58.3	13.0	6.1
A-Rd	54	46	71	>150	48.2	242.0	70	52.3	>150	-0.05	1.6	0.44	61.4	8.2	5.2
AH-70	—	—	72	>150	48.3	219.6	72	52.7	>150	0.05	1.9	0.34	58.4	9.0	6.6

表5 再生剂和再生沥青60℃黏度及 $G_{12}$

Table 5 Viscosity at 60℃ and  $G_{12}$  of recycling agents and recycled asphalts

再生沥青	再生剂黏度及含量			老化沥青黏度及含量			再生沥青黏度		$G_{12}$
	$\mu_1/(\text{Pa} \cdot \text{s})$	$\lg \mu_1$	$x_1/\%$	$\mu_2/(\text{Pa} \cdot \text{s})$	$\lg \mu_2$	$x_2/\%$	$\mu_0$	$\lg \mu_0$	
A-R4	0.45	-0.35	10			90	332.2	2.52	-2.70
A-Ra	1.65	0.22	18			82	180.0	2.26	-2.20
A-Rb	7.45	0.87	29	1280.9	3.11	71	183.0	2.26	-0.96
A-Rc	18.93	1.28	44			56	178.0	2.25	-0.21
A-Rd	50.10	1.70	46			54	242.0	2.38	-0.31

由表5可知:再生过程中,修正系数 $G_{12}$ 随着再生剂黏度的增大而减小,对于老化沥青,黏度相对较低的再生剂R4和Ra的再生效率低;Rb、Rc和Rd的再生效率相对较高,但没有明显的规律性。再生沥青除了达到与普通沥青相当的技术指标要求外,其抗老化性能也是考察再生剂优劣的重要指标。再生沥青经TFOT和PAV进行老化后,其黏度比和低温延度是评价其抗老化性能的重要指标。以5种再生沥青和参比沥青AH-70经TFOT及PAV后的60℃运动黏度变化和15℃延度变化分别见图2和图3。

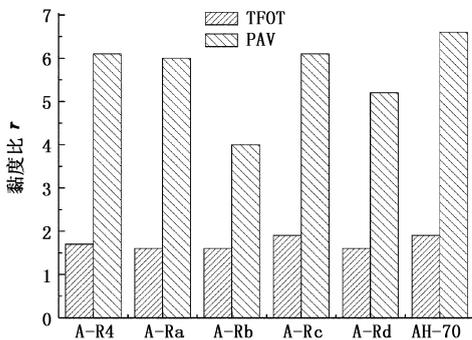


图2 再生沥青和参比沥青老化后黏度变化

Fig.2 Viscosity ratio of recycled and objective asphalts after aging process

由图2可以看出:经过TFOT后,5种再生沥青的黏度比均小于2.0,说明5种再生沥青的短期抗老化性能与参比沥青基本一致;经过长期老化PAV后,不同再生沥青的黏度比出现了较大的差异。 $G_{12}$ 绝对值越大,长期抗老化性能呈现出越好的统计趋势。抽出油再生剂的再生沥青A-R4,其黏度比相对参比沥青大,其余沥青的黏度比均小于参比沥青,说明添加了一定比例沥青组分的再生剂制备的再生沥青,其长期抗老化性能优于纯馏分型的抽出油再生剂,并且优于参比沥青AH-70。

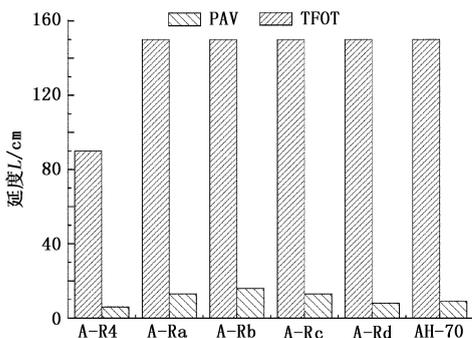


图3 再生沥青和参比沥青老化后的延度

Fig.3 Ductility at 15°C of six asphalts after aging process

由图3可以看出:由再生沥青A-R4经过薄膜烘箱试验后,其15℃延度为90cm,对于馏分型抽出油再生剂R4,再生沥青短期老化后,延度相对参比沥青较差,其余4种添加了沥青组分的再生剂制备的再生沥青,薄膜烘箱后的延度均大于150cm,与参比沥青相当;5种再生沥青与参比沥青相比,经PAV老化后,15℃的延度差别较大,同样馏分型再生剂的延度低于参比沥青的延度,其他再生剂的延度均优于参比沥青的延度。

“组分调节理论”是目前解释沥青再生机制的主要理论<sup>[16]</sup>。沥青老化后各组间比例不再协调,而能通过外加再生剂提高芳香分的相对含量、降低沥青质相对含量的方法调节其组分配比,使其恢复到新鲜沥青水平并使沥青恢复原有性能。不同组成配比的再生剂,在老化沥青再生及再生沥青的性能上有明显的差异,因而通过调和方法制备性能优越的再生剂,为优质再生剂开发提供重要的实验支持。

### 3 结论

(1)由SZ36-1减三线馏分油经糠醛抽提可以得到高芳抽出油,该抽出油符合SH/T 0819-2010规定的RA5再生剂的各项指标要求,可以作为再生剂开发的优质原料。

(2)SZ36-1抽出油添加中海AH-90沥青30%、60%、80%和87%,可以得到分别满足SH/T 0819-2010规定黏度等级为RA25、RA75、RA250和RA500的再生剂Ra、Rb、Rc和Rd。

(3)再生剂Ra、Rb、Rc和Rd与抽出油再生剂R4进行沥青再生实验时,Ra、Rb和Rc在再生过程中再生效率较高。

(4)添加沥青组分的再生剂Ra、Rb、Rc和Rd制备的再生沥青,经过TFOT和PAV各项指标均比抽出油再生剂R4的再生沥青好,且与参比沥青AH-70相近;所有的再生沥青老化后的延度均优于参比沥青的延度。

### 参考文献:

- [1] 倪小军,陈仕周,凌天清. 沥青路面再生利用技术综述[J]. 重庆交通学院学报,2001,23(5):39-41.  
NI Xiao-jun, CHEN Shi-zhou, LING Tian-qing. Summarize of recycled mixture for old asphalt pavement [J]. Journal of Chongqing Jiaotong University, 2001, 23(5): 39-41.
- [2] WAGNER F T. Placement and Compaction of Asphalt Mixtures STP 829[M]. Philadelphia: American Society

- for Testing and Materials, 1984:93-106.
- [3] FINN F N, NAIR K, HILLARD J M. Minimizing premature cracking in asphaltic concrete pavement [R]. Washington, DC: NCHRP 94, Transportation Research Board, 1978.
- [4] KANDHAL P S. Evaluation of low temperature shrinkage cracking of pavements on elk county research project [J]. Transportation Research Record, 1980,777:39-49.
- [5] TAYLOR MA, KHOSLA N P. Stripping of asphalt pavements: state-of-the-art [J]. Transportation Research Record, 1983,911:150-158.
- [6] 赵志军,陈明宇,吴少鹏,等. 沥青的老化机理与性能研究[J]. 建材世界, 2009,30(2):159-162.  
ZHAO Zhi-jun, CHEN Ming-yu, WU Shao-peng, et al. Research on aging mechanics and performance of asphalts [J]. The World of Building Materials, 2009,30(2):159-162.
- [7] 杨彦海,张书立,王鸿鹏,等. 再生沥青性能分析与评价[J]. 东北公路,2003,26(4):9-12.  
YANG Yan-hai, ZHANG Shu-li, WANG Hong-peng, et al. Performance analysis and evaluation on recycled asphalt [J]. Northeast Highway, 2003,26(4):9-12.
- [8] 杨建明,杨仁教,熊韶峰,等. 旧沥青路面再生研究的现状与工艺[J]. 南华大学学报:理工版, 2003,17(1):11-15.  
YANG Jian-ming, YANG Ren-jiao, XIONG Shao-feng, et al. Technology and actualities of recycled mixture for old asphalt pavement [J]. Journal of Nanhua University (Science & Engineering Edition), 2003,17(1):11-15.
- [9] 余国贤,周晓龙,金亚清,等. 废旧沥青再生剂的实验研究[J]. 石油学报:石油加工,2006,22(5):96-100.  
YU Guo-xian, ZHOU Xiao-long, JIN Ya-qing, et al. Experimental study on the regenerant of waste asphalt [J]. Acta Petrolei Sinica (Petroleum Processing Section), 2006,22(5):96-100.
- [10] 吕伟民. 沥青再生原理与再生剂的技术要求[J]. 石油沥青,2007,21(6):25-26.  
LÜ Wei-min. Recycling principle of asphalt and technical requirement of recycling agent [J]. Petroleum Asphalt, 2007,21(6):25-26.
- [11] 侯睿,黄晓明. 新旧沥青调和再生规律研究[J]. 石油沥青, 2006,20(26):27-29.  
HOU Rui, HUANG Xiao-ming. Study of recycling aged asphalt by new asphalt [J]. Petroleum Asphalt, 2006,20(26):27-29.
- [12] 陈兴荣,陈锡荣,潘伟昌. 关于沥青再生问题的研究[J]. 科技经济市场,2006(1):123-124.  
CHEN Xing-rong, CHEN Xi-rong, PAN Wei-chang. Study on problems of recycled asphalts [J]. Sci-tech and Economic Market, 2006,1:23-124.
- [13] 美国沥青再生协会. 美国再生沥青指南 [M]. 北京: 人民交通出版社,2006.
- [14] 马濉溪. 老化沥青再生规律与性能研究[J]. 现代交通技术,2007,4(6):23-26.  
MA Sui-xi. Research on the recycling law and performance of aged asphalt [J]. Modern Transportation Technology, 2007,4(6):23-26.
- [15] GRUMBERG L, NISSAN A H. Mixture law for viscosity [J]. Nature, 1949,164(4175):799-800.
- [16] 王永刚,廖克俭,闫峰,等. 废旧沥青再生后其胶体状态的评价[J]. 石油炼制与化工, 2004,35(2):72-75.  
WANG Yong-gang, LIAO Ke-jian, YAN Feng, et al. The evaluation of colloid structure of aged asphalt [J]. Petroleum Processing and Petrochemicals, 2004,35(2):72-75.

(编辑 刘为清)