

Xác định nhiệt độ hóa mềm của nhựa đường từ thí nghiệm cắt động lưu biến

■ TS. NGUYỄN QUANG TUẤN; ThS. BÙI VĂN PHÚ; TS. TRẦN THỊ CẨM HÀ

Trường Đại học Giao thông vận tải

TÓM TẮT: Bài báo trình bày nghiên cứu thực nghiệm mối quan hệ giữa thông số mô-đun cắt phức G^* được xác định bằng thí nghiệm cắt động lưu biến DSR (Dynamic Shear Rheological) và nhiệt độ hóa mềm bằng dụng cụ vòng và bi của một số loại nhựa đường nguyên gốc và nhựa đường cải tiến. Hai loại nhựa đường 60/70, 1 loại nhựa đường PMB3 cùng với nhựa đường 60/70 được trộn phụ gia SBS và phụ gia epoxy ở nhiều tỉ lệ khác nhau đã được sử dụng trong nghiên cứu. Thí nghiệm DSR được thực hiện tại tần số 10 rad/s và trên một phạm vi nhiệt độ từ 0°C đến 80°C để xác định giá trị mô-đun cắt phức G^* và góc lệch pha δ . Kết quả thực nghiệm cho thấy có sự liên hệ giữa tính chất lưu biến của nhựa đường (đặc trưng bởi thông số G^* và δ) và nhiệt độ hóa mềm của nhựa đường. Từ kết quả thí nghiệm DSR, giá trị nhiệt độ hóa mềm tương đương TK của các loại vật liệu thí nghiệm được xác định. Kết quả nghiên cứu cho thấy rằng, nhiệt độ hóa mềm tương đương TK có sự tương quan chặt chẽ với nhiệt độ hóa mềm được xác định bằng thí nghiệm vòng và bi cho cả nhựa đường nguyên gốc và nhựa đường cải tiến. Phương pháp xác định TK thể hiện được sự cải thiện đáng kể độ chính xác so với các phương pháp cũ được đề xuất trước đây vốn chỉ phù hợp với nhựa đường nguyên gốc.

TỪ KHÓA: Nhựa đường, mô-đun cắt phức, nhiệt độ hóa mềm, tính chất lưu biến.

ABSTRACT: This paper presents experimental research on the relationship between complex shear modulus parameter G^* determined by DSR (Dynamic Shear Rheological test) test and Ring and Ball softening point of both original and modified bitumen. Two types of 60/70 penetration grade bitumen, one type of PMB3 asphalt and modified bitumen made by mixing the 60/70 original bitumen with SBS and epoxy fillers at different proportions were used in this study. DSR tests were conducted on a frequency of 10Hz and a large range of temperature from 0°C to 80°C to determine complex shear modulus G^* and phase angle δ values. The results show that there is a relationship between the rheological properties of asphalt (characterized by parameters G^* and δ) and

the Ring and Ball softening point of asphalt. From the test results, the equivalent softening temperature TV of tested materials were determined. The study shows that TK has a strong correlation with the Ring and Ball softening point for both pure and modified bitumen. The TK method illustrates a significant improvement in accuracy in comparison with the previous approaches which were only suitable for original asphalts.

KEYWORDS: Bitumen, complex shear modulus, softening point, rheological properties

1. ĐẶT VẤN ĐỀ

Hiện nay, phân loại nhựa đường theo độ kim lún vẫn được sử dụng phổ biến ở nhiều nước trên thế giới, trong đó có Việt Nam. Trong cách phân loại nhựa đường dựa trên độ kim lún, điểm hóa mềm hay nhiệt độ hóa mềm là một trong những thông số cơ bản nhất [1,2]. Nhiệt độ hóa mềm được coi là một thông số hiệu suất dùng để hiệu chỉnh hiệu suất khai thác của nhựa đường ở nhiệt độ cao. Nhiệt độ hóa mềm được đo bằng phương pháp vòng và bi. Tuy nhiên, các vật liệu trong kết cấu áo đường chịu tải trọng có tính động, nghĩa là có sự thay đổi về độ lớn và phương chính tác dụng theo thời gian xe chạy qua. Do đó, hướng tới các thông số kỹ thuật liên quan đến hiệu suất của nhựa đường, thiết bị đo cắt động lưu biến DSR ngày càng được sử dụng rộng rãi. Hai thông số đo được từ thí nghiệm cắt động lưu biến là mô-đun cắt phức G^* và góc lệch pha δ , là những thông số rất quan trọng để phân loại và đánh giá nhựa đường theo chuẩn PG [3]. Sự chuyển đổi dần từ việc phân loại đánh giá nhựa đường theo độ kim lún sang các chỉ tiêu kỹ thuật mới sử dụng máy phân tích DSR là tất yếu. Trong quá trình chuyển đổi này, việc hiểu rõ mối quan hệ giữa các thông số kỹ thuật cũ và mới là rất cần thiết. Điều này có thể cho phép ước tính các thông số cũ từ các kết quả phân tích cơ bản bằng DSR nhằm tiết kiệm thời gian và chi phí.

Một số nghiên cứu đã cố gắng xác định nhiệt độ hóa mềm tương đương của nhựa đường dựa trên các kết quả từ phân tích DSR. Nigen-Chaidron [4] đã giới thiệu khái niệm nhiệt độ độ nhớt tương đương là nhiệt độ mà tại đó độ nhớt cắt phức bằng 2 kPa.s. Zoorob và các cộng sự [5] đã sử dụng phương pháp này cho nghiên cứu của mình và kết luận rằng phương pháp độ nhớt tương đương chỉ phù hợp

với nhựa đường nguyên gốc mà không phù hợp với nhựa đường cải tiến. Fan và các cộng sự [6] năm 2014 đề xuất khái niệm nhiệt độ mô-đun tương đương là nhiệt độ tại tần số 10 rad/s tương ứng với giá trị mô-đun cắt động 13 kPa. Dựa trên nghiên cứu này, Alisov và các cộng sự [7] đã phát triển phương pháp xác định nhiệt độ hóa mềm tương đương T_v được xác định tại giá trị mô-đun cắt động 15 kPa và tần số 10 rad/s. Tuy nhiên, những đề xuất trên cũng chỉ phù hợp với nhựa đường nguyên gốc. Có thể nhận thấy rằng cả hai phương pháp trên đều không đề cập đến vai trò của góc lệch pha δ . Lu và Isacsson [8,9] đã tìm ra sự tương quan tốt giữa điểm hóa mềm và nhiệt độ mà tại đó góc pha bằng 75° và tần số 1 rad/s của cả nhựa đường nguyên gốc và nhựa đường cải tiến. Sự tương thích này chỉ ra rằng thông số góc pha đóng vai trò rất quan trọng trong mối quan hệ giữa tính chất lưu biến và điểm hóa mềm của các loại nhựa đường.

Từ các phân tích ở trên, bài báo đã nghiên cứu mối quan hệ giữa các kết quả cơ bản từ thí nghiệm cắt động lưu biến DSR (G^* và δ) với điểm hóa mềm của nhựa đường nguyên gốc và nhựa đường cải tiến. Bài báo đã đề xuất một thông số lưu biến phù hợp để xác định được nhiệt độ hóa mềm tương đương gắn sát với nhiệt độ hóa mềm xác định bằng phương pháp truyền thống.

2. VẬT LIỆU VÀ THÍ NGHIỆM

2.1. Vật liệu

Bảng 2.1 giới thiệu các loại nhựa đường được làm thí nghiệm và nhiệt độ hóa mềm tương ứng. Thí nghiệm xác định nhiệt độ hóa mềm được thực hiện tại Phòng Thí nghiệm kiểm định trọng điểm Trường Đại học GTVT.

Bảng 2.1. Vật liệu thí nghiệm và nhiệt độ hóa mềm tương ứng

Loại nhựa	Nhiệt độ hóa mềm (TCVN 7497:2005)	Mô tả
	(°C)	
Nhựa đường 60/70 loại 1	48,8	Thỏa mãn các yêu cầu kỹ thuật quy định tại TCVN 7493:2005 [10] và 22TCN 319:2004 [2].
Nhựa đường 60/70 loại 2	48,85	
Nhựa đường PMB3	80	
PMB 3.5% SBS	59,45	Nhựa đường 60/70 loại 2 + 3,5% SBS (Styrene-Butadiene-Styrene)
Bitum-Epoxy 15% Epoxy-2h	52,4	Nhựa đường 60/70 loại 1 + 15% epoxy, thời gian dưỡng mẫu tương ứng 2h, 48h, 96h và 168h
Bitum-Epoxy 15% Epoxy-48h	53,4	
Bitum-Epoxy 15% Epoxy-96h	53,7	
Bitum-Epoxy 15% Epoxy-168h	53,5	
Bitum-Epoxy 35% Epoxy-2h	54,75	Nhựa đường 60/70 loại 1 + 35% epoxy, thời gian dưỡng mẫu tương ứng 2h, 48h, 96h và 168h
Bitum-Epoxy 35% Epoxy-48h	59,4	
Bitum-Epoxy 35% Epoxy-96h	66,75	
Bitum-Epoxy 35% Epoxy-168h	71,35	
Bitum-Epoxy 50% Epoxy-2h	63,2	Nhựa đường 60/70 loại 1 + 50% epoxy, thời gian dưỡng mẫu tương ứng 2h, 48h
Bitum-Epoxy 50% Epoxy-48h	74,1	

2.2. Thiết bị thí nghiệm

Nghiên cứu đã sử dụng thiết bị cắt động lưu biến DSR RHEOTEST RN 4.3 của Phòng Thí nghiệm LASXD 1256 - Trường Đại học GTVT (Hình 2.1). Thí nghiệm được thực hiện theo các tiêu chuẩn AASHTO T315. Khi nhiệt độ thí

nghiệm từ 5 - 35°C, mẫu nhựa đường thí nghiệm có hình trụ với đường kính 25 mm và chiều dày 1 mm. Khi nhiệt độ thí nghiệm trên 35°C, mẫu thí nghiệm có đường kính 8 mm và chiều dày 2 mm. Mẫu thí nghiệm được đặt giữa hai đĩa hình tròn, đĩa phía dưới được cố định, đĩa phía trên dao động điều hòa để tạo lực cắt.

Thí nghiệm được thực hiện bằng cách tạo ra biến dạng góc trong giới hạn đàn nhớt tuyến tính [11] lên mẫu ở các nhiệt độ và tần số khác nhau (Hình 2.1). Biến dạng này có dạng hình sin (Hình 2.2) như sau:

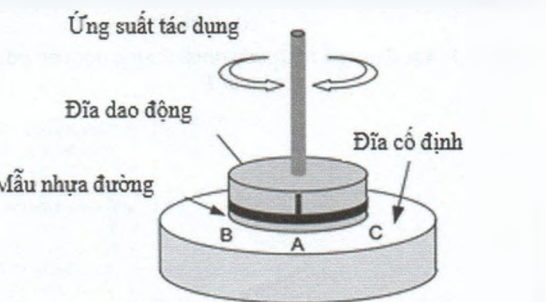
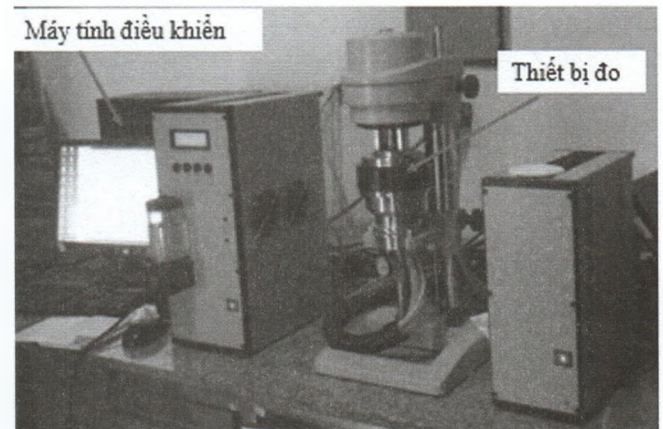
$$\gamma = \gamma_0 \times \sin(\omega t) \tag{1}$$

Ứng suất cắt đo được cũng có dạng hình sin nhưng có sự lệch pha δ so với biến dạng:

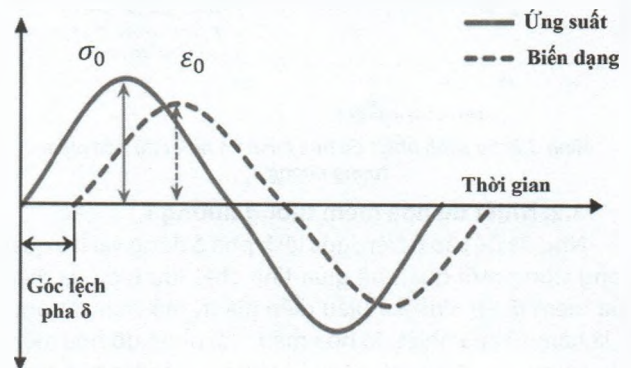
$$\tau = \tau_0 \times \sin(\omega t + \delta) \tag{2}$$

Mô-đun cắt động được tính theo công thức:

$$|G^*| = \frac{\tau_0}{\gamma_0} \tag{3}$$



Hình 2.1: Thiết bị và nguyên lý thí nghiệm DSR



Hình 2.2: Biến dạng góc và ứng suất cắt hình sin

Các thí nghiệm được thực hiện tại tần số 10 rad/s. Thí nghiệm được thực hiện trên một dải rộng các nhiệt độ từ

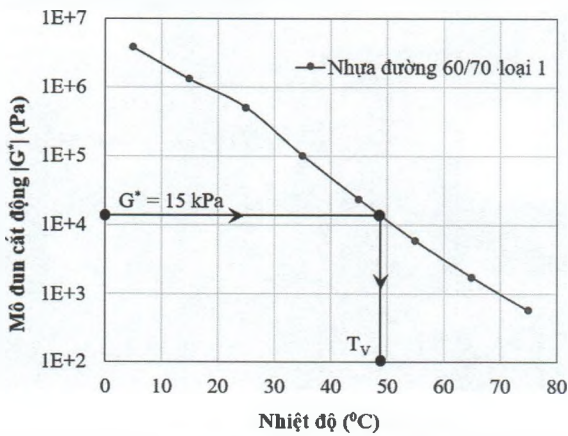
5°C đến 80°C. Kết quả thu được là các giá trị mô-đun cắt phức G^* và góc lệch pha δ ở các nhiệt độ thí nghiệm.

3. PHÂN TÍCH KẾT QUẢ

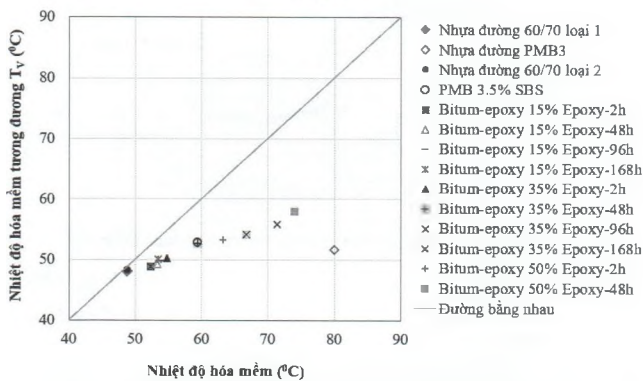
3.1. Nhiệt độ hóa mềm tương đương theo phương pháp của Alisov và cộng sự

Dựa trên kết quả thí nghiệm DSR, phương pháp của Alisov và cộng sự được sử dụng để phân tích. Áp dụng phương pháp nội suy tuyến tính, ta có thể xác định nhiệt độ hóa mềm tương đương T_V tại điểm có giá trị $G^* = 15 \text{ kPa}$ của tất cả các vật liệu. Hình 3.1 mô tả ví dụ cụ thể cách xác định T_V của vật liệu nhựa đường nguyên gốc 60/70 loại 1.

Hình 3.2 so sánh kết quả giá trị T_V của tất cả các mẫu thí nghiệm và nhiệt độ hóa mềm tương ứng. Có thể thấy rằng, phương pháp Alisov và cộng sự chỉ phù hợp đối với nhựa đường nguyên gốc trong khi đối với nhựa đường cải tiến, phương pháp này thể hiện sai số lớn. Kết quả phù hợp những nghiên cứu trước đây [5,7].



Hình 3.1: Xác định giá trị T_V của nhựa đường nguyên gốc 60/70 loại 1

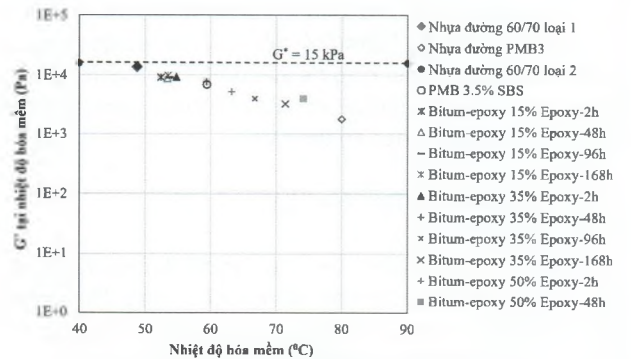


Hình 3.2: So sánh nhiệt độ hóa mềm và nhiệt độ hóa mềm tương đương T_V

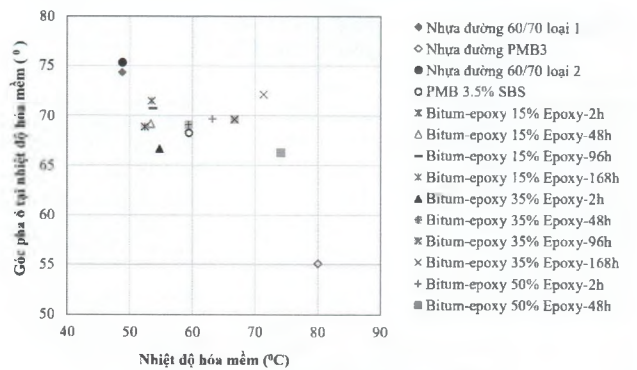
3.2. Nhiệt độ hóa mềm tương đương T_K

Như đã đề cập ở trên, góc lệch pha δ đóng vai trò quan trọng trong mối quan hệ giữa tính chất lưu biến và điểm hóa mềm [8,9]. Hình 3.3 biểu diễn giá trị mô-đun cắt phức G^* là hàm số của nhiệt độ hóa mềm. Tại nhiệt độ hóa mềm, nhựa đường cải tiến đạt giá trị G^* nhỏ hơn rất đáng kể so với nhựa đường nguyên gốc. Hơn nữa, tại nhiệt độ hóa mềm và tần số 10 rad/s, mô-đun cắt động của nhựa đường nguyên gốc có giá trị xấp xỉ 15 kPa. Kết quả này cũng được tìm thấy

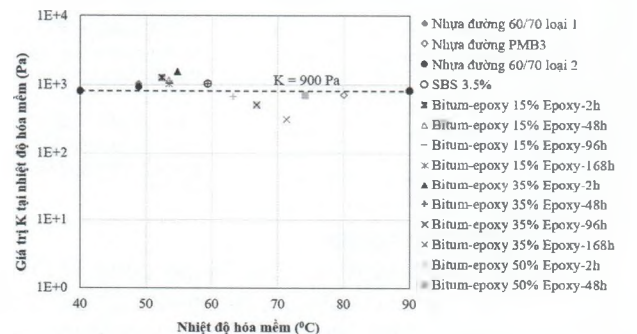
trong các nghiên cứu [5] và [7]. Điều này giải thích vì sao giá trị nhiệt độ hóa mềm tương đương T_V xác định tại $G^* = 15 \text{ kPa}$ chỉ phù hợp với nhựa đường nguyên gốc. Hình 3.4 biểu diễn các giá trị góc lệch pha δ theo nhiệt độ hóa mềm. Kết hợp Hình 3.3 và Hình 3.4 ta có thể thấy, tại nhiệt độ hóa mềm và tần số 10 rad/s, nếu giá trị G^* giảm thì giá trị δ cũng giảm. Từ phân tích trên, tham số $K = G^*/\tan\delta$ được đề xuất để tìm mối quan hệ giữa tính chất lưu biến và nhiệt độ hóa mềm. Phương pháp này được gọi là phương pháp $G^*/\tan\delta$. Trong đó, $G^* = G^* \cdot \cos\delta$ là thành phần đàn hồi của mô-đun cắt phức G^* . Trong tham số $K = G^*/\tan\delta$, thành phần $\tan\delta$ rất nhạy cảm với góc lệch pha xung quanh nhiệt độ hóa mềm kể cả ở nhiệt độ cao. Hình 3.5 biểu diễn giá trị của K tại nhiệt độ hóa mềm. Kết quả trên Hình 3.5 cho thấy sự khác biệt giữa các giá trị K của nhựa đường nguyên gốc so với nhựa đường cải tiến đã giảm rất đáng kể khi so sánh với sự khác biệt giữa các giá trị G^* trên Hình 3.3. Bài báo đề xuất giá trị $K = 900 \text{ Pa}$ để xác định nhiệt độ hóa mềm tương đương. Nhiệt độ hóa mềm tương đương này được đặt tên là T_K .



Hình 3.3: Giá trị G^* tại nhiệt độ hóa mềm

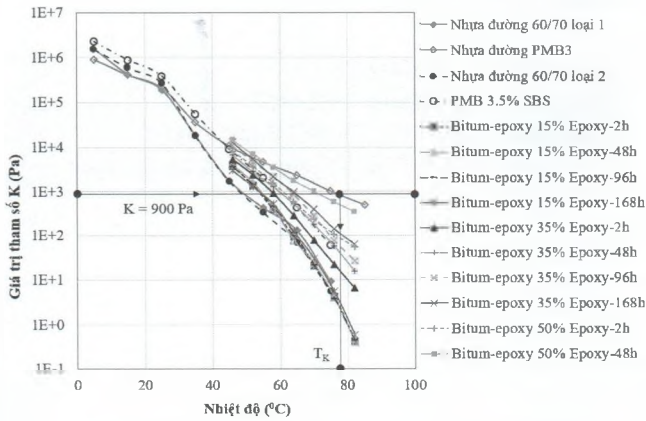


Hình 3.4: Giá trị δ tại nhiệt độ hóa mềm

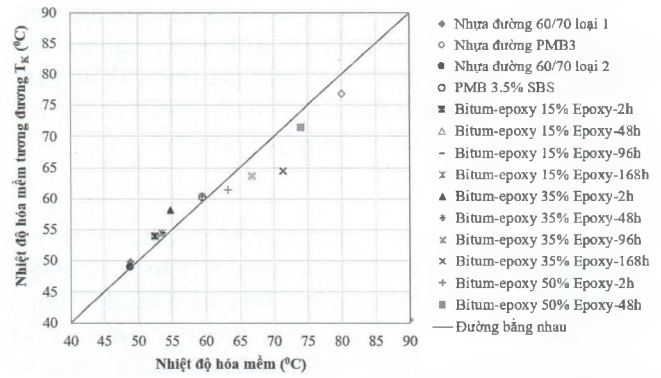


Hình 3.5: Giá trị tham số K tại nhiệt độ hóa mềm (tần số 10 rad/s)

Hình 3.6 biểu diễn giá trị K là hàm số của nhiệt độ thí nghiệm và thể hiện cụ thể về cách xác định nhiệt độ hóa mềm tương đương T_K tại giá trị $K = 900$ Pa của nhựa đường polyme PMB3. Tất cả các giá trị T_K của các vật liệu được xác định và được so sánh với nhiệt độ hóa mềm tương ứng của vật liệu trên biểu đồ Hình 3.7. Từ Hình 3.7 ta thấy, xác định nhiệt độ hóa mềm tương đương theo tham số K đã thể hiện sự phù hợp rất tốt đối với nhiệt độ hóa mềm không chỉ đối với nhựa đường nguyên gốc mà cả nhựa đường cải tiến.



Hình 3.6: Biểu đồ tham số K tại các nhiệt độ thí nghiệm và cách xác định T_K của nhựa đường PMB3



Hình 3.7: So sánh nhiệt độ hóa mềm và nhiệt độ hóa mềm tương đương T_K

Bảng 3.1 so sánh độ chính xác của hai phương pháp xác định nhiệt độ hóa mềm tương đương. Các giá trị trong Bảng 3.1 là giá trị tuyệt đối của hiệu số giữa nhiệt độ hóa mềm tương đương và nhiệt độ hóa mềm. Từ Bảng 3.1 ta thấy rằng, cả hai phương pháp đều áp dụng rất tốt cho nhựa đường nguyên gốc (sự chênh lệch giữa hai nhiệt độ nhỏ hơn 1°C). Tuy nhiên, đối với nhựa đường cải tiến, so với phương pháp của Alisov và cộng sự, phương pháp $G'/\tan\delta$ đã cải thiện rất đáng kể độ chính xác. Ví dụ như nhựa đường PMB3, sự chênh lệch giữa hai nhiệt độ giảm từ 28,37°C xuống còn 3,22°C.

Bảng 3.1. So sánh sự chênh lệch giữa nhiệt độ hóa mềm tương đương với nhiệt độ hóa mềm

Loại vật liệu	Nhiệt độ hóa mềm (°C)	Phương pháp của Alisov và cộng sự ($G'=15$ kPa, tần số 10 rad/s)		Phương pháp $G'/\tan\delta$ ($G'/\tan\delta=900$, tần số 10 rad/s)	
		T_V (°C)	Hiệu số (°C)	T_K (°C)	Hiệu số (°C)
Nhựa đường 60/70 loại 1	48,80	48,14	0,66	49,79	0,99
Nhựa đường 60/70 loại 2	48,85	48,33	0,52	48,96	0,11
Nhựa đường PMB3	80,00	51,63	28,37	76,78	3,22
PMB 3,5% SBS	59,45	52,89	6,56	60,25	0,80
Bitum-Epoxy 15% Epoxy-2h	52,40	48,86	3,64	54,01	1,61
Bitum-Epoxy 15% Epoxy-48h	53,40	49,29	4,11	54,55	1,15
Bitum-Epoxy 15% Epoxy-96h	53,70	49,78	3,92	54,43	0,73
Bitum-Epoxy 15% Epoxy-168h	53,50	50,04	3,46	54,42	0,92
Bitum-Epoxy 35% Epoxy-2h	54,75	50,27	4,48	58,09	3,34
Bitum-Epoxy 35% Epoxy-48h	59,40	52,74	6,66	60,37	0,97
Bitum-Epoxy 35% Epoxy-96h	66,75	54,19	12,56	63,67	3,08
Bitum-Epoxy 35% Epoxy-168h	71,35	55,90	15,45	64,52	6,83
Bitum-Epoxy 50% Epoxy-2h	63,20	53,27	9,93	61,40	1,80
Bitum-Epoxy 50% Epoxy-48h	74,10	57,83	16,27	71,36	2,74
Độ lệch trung bình			8,32		2,02

Phương trình hồi quy miêu tả mối quan hệ giữa nhiệt độ hóa mềm T và các nhiệt độ hóa mềm tương đương T_V và T_K được xây dựng và thể hiện trong Bảng 3.2.

Bảng 3.2. Phương trình hồi quy của nhiệt độ hóa mềm với nhiệt độ hóa mềm tương đương

TT	Phương trình hồi quy	Giá trị P (P-value)	Hệ số xác định điều chỉnh R^2
1	$T_K = 0,9866 * T$	$2,4 * 10^{-19}$	0,9983
2	$T_V = 0,8463 * T$	$1,62 * 10^{-13}$	0,9864

Từ Bảng 3.2 ta thấy, giá trị P của cả hai phương trình hồi quy đều nhỏ hơn 0,05, do vậy số liệu có ý nghĩa thống kê. Phương trình hồi quy của T_k với T giải thích tốt hơn cho mối quan hệ giữa nhiệt độ hóa mềm và nhiệt độ hóa mềm tương đương vì có hệ số hồi quy gần sát với 1.

4. KẾT LUẬN

Bài báo đã nghiên cứu mối quan hệ giữa hai giá trị mô-đun cắt động G^* và góc lệch pha δ xác định bằng thí nghiệm cắt động lưu biến DSR với nhiệt độ hóa mềm xác định bằng thí nghiệm vòng và bi của cả nhựa đường nguyên gốc và nhựa đường cải tiến. Hai thông số G^* và $G'/\tan\delta$ được sử dụng để thiết lập hai phương pháp xác định nhiệt độ hóa mềm tương đương. Từ nghiên cứu của bài báo, một số kết luận được rút ra như sau:

- Phương pháp của Alisov và cộng sự xác định nhiệt độ hóa mềm tương đương T_v tại thông số $G^* = 15$ kPa có thể áp dụng rất tốt cho nhựa đường nguyên gốc nhưng không phù hợp với nhựa đường cải tiến. Kết quả của bài báo phù hợp với các nghiên cứu đã được tiến hành trên thế giới.

- Dựa trên những phân tích về ảnh hưởng của cả hai giá trị G^* và δ đến nhiệt độ hóa mềm của nhựa đường, phương pháp xác định nhiệt độ hóa mềm tương đương T_k theo thông số $K = G'/\tan\delta = 900$ được áp dụng. Kết quả cho thấy rằng phương pháp này không chỉ phù hợp rất tốt với nhựa đường nguyên gốc mà còn nâng cao được rất đáng kể độ chính xác khi áp dụng cho nhựa đường cải tiến.

Tài liệu tham khảo

- [1]. 22TCN 279-01, *Tiêu chuẩn vật liệu nhựa đường đặc (Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thí nghiệm)*.
- [2]. 22TCN 319-04, *Tiêu chuẩn vật liệu nhựa đường Polymer (Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thí nghiệm)*.
- [3]. Performance-Grade Asphalt Binder, *AASHTO Designation: M320-10*.
- [4]. S. Nigen-Chaidron (2008), *Rheometrical quantification of bituminous binders for specification purposes*, Proceedings of the 4th Eurasphalt & Eurobitume Congress, Copenhagen, Denmark.
- [5]. S.E. Zoorob, J.P. Castro-Gomes, L.A. Pereira Oliveira (2012), *Assessing low shear viscosity as the new bitumen softening point test*, *Construction and Building Materials*, 27 357-367, <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2011.07.037>.
- [6]. L. Fan, J. Lin, J. Wei, Y. Zhang, & L. Wang (2014), *Viscoelastic characteristics of asphalt binders at softening point temperature*, *China Petroleum Processing & Petrochemical Technology*, 16(3), 19-25.
- [7]. A. Alisov, C. Riccardi, J. Schrader, A. Cannone Falchetto, & M.P. Wistuba (2020), *A novel method to characterise asphalt binder at high temperature*, *Road Materials and Pavement Design*, 21(1), 143-155.
- [8]. X. Lu, U. Isacsson, *Rheological characterization of styrene butadienestyrene copolymer modified bitumens*, *Construction and Building Materials*, 11(1) (1997a), 23-32, [https://doi.org/10.1016/S0950-0618\(96\)00033-5](https://doi.org/10.1016/S0950-0618(96)00033-5).
- [9]. X. Lu, U. Isacsson, *Characterization of styrene-butadiene-styrene polymer modified bitumens - Comparison*

of conventional methods and dynamic mechanical analyses, *Journal of Testing and Evaluation*, 25(4) (1997b), 383-390, <https://doi.org/10.1520/JTE11874J>.

[10]. TCVN 7493:2005 - *Bitum Yêu cầu kỹ thuật*.

[11]. Quang Tuan Nguyen, Mai Lan Nguyen, Hervé Di Benedetto, Cédric Sauzéat, Emmanuel Chailleux and Thi Thanh Nhan Hoang (2019), *Nonlinearity of bituminous materials for small amplitude cyclic loadings*, *Road Materials and Pavement Design*, 7, 1571-1585, <https://doi.org/10.1080/14680629.2018.1465452>.

Ngày nhận bài: 20/4/2021

Ngày chấp nhận đăng: 19/5/2021

Người phản biện: GS. TS. Bùi Xuân Cậy

PGS. TS. Nguyễn Quang Phúc