

文章编号:1007-9629(2024)09-0816-08

基于纳米压痕试验的沥青混合料 ITZ 识别及力学性能

郭乃胜¹, 刘祥源¹, 王志臣^{2,3,*}, 王双^{2,3}, 何宏伟³

(1. 大连海事大学 交通运输工程学院, 辽宁 大连 116026; 2. 湖南信息学院 信息技术研究院, 湖南 长沙 410151; 3. 哈尔滨剑桥学院 智能工程技术研究中心, 黑龙江 哈尔滨 150069)

摘要:采用纳米压痕试验研究了 2 种沥青混合料的界面过渡区(ITZ),并基于微观断裂韧性指标评价了 ITZ 的力学特性.结果表明:玄武岩沥青混合料 ITZ 的厚度为 6~12 μm ,石灰岩沥青混合料 ITZ 的厚度为 10~18 μm ;ITZ 的力学特性与集料更为接近,沥青混合料抗开裂性能和稳定性受沥青与集料的共同影响,ITZ 的断裂韧性越大,沥青混合料的抗开裂性能越好;裂缝容易在 ITZ 和沥青胶浆的交界处展开,特别是沥青混合料更容易在 ITZ 和沥青胶浆的交界处发生脆性断裂.

关键词:沥青混合料;界面过渡区;纳米压痕;断裂韧性

中图分类号:U414

文献标志码:A

doi:10.3969/j.issn.1007-9629.2024.09.006

Characterization and Mechanical Property of Interface Transition Zone of Asphalt Mixtures Based on Nanoindentation Test

GUO Naisheng¹, LIU Xiangyuan¹, WANG Zhichen^{2,3,*}, WANG Shuang^{2,3}, HE Hongwei³

(1. College of Transportation Engineering, Dalian Maritime University, Dalian 116026, China; 2. Information Technology Research Institute, Hunan University of Information Technology, Changsha 410151, China; 3. Intelligent Engineering Technology Research Center, Harbin Cambridge University, Harbin 150069, China)

Abstract: The interface transition zone(ITZ) of two types of asphalt mixture were studied by the nanoindentation test. The mechanical properties of ITZ were evaluated based on the fracture toughness. The results show that the thickness of the ITZ of asphalt mixture with basalt aggregate ranges from 6 to 12 μm , while the thickness of the ITZ of asphalt mixture with limestone aggregate ranges from 10 to 18 μm . The mechanical properties of the ITZ are close to those of the aggregates. The anti-cracking performance and stability of ITZ are jointly affected by asphalt and aggregates. The resistance of asphalt to cracking is improved with an increase in fracture toughness, and cracks are more likely to occur at the junction of ITZ and asphalt mastic, especially asphalt mixtures are more prone to brittle fracture at the interface between ITZ and asphalt mastic.

Key words: asphalt mixture; interface transition zone(ITZ); nanoindentation; fracture toughness

沥青混合料是由集料相、沥青相及沥青-集料界面相等组成的多相混合体系^[1],其中界面过渡区(ITZ)是在沥青混合料的拌和与压实过程中,沥青胶浆(填料与沥青)与较大粒径集料发生物理、化学和

机械作用,最终在集料颗粒周围形成的狭窄区域^[2].该区域极易产生裂缝,因此研究 ITZ 的力学特性对于理解沥青混合料的断裂机制具有重要意义.

在微观层面上,Xu 等^[3]较早提出沥青与集料之

收稿日期:2023-11-04; 修订日期:2024-01-14

基金项目:黑龙江省自然科学基金资助项目(YQ2022E038)

第一作者:郭乃胜(1978—),男,辽宁鞍山人,大连海事大学教授,博士生导师,博士.E-mail:naishengguo@dlnu.edu.cn

通讯作者:王志臣(1987—),男,黑龙江佳木斯人,湖南信息学院副教授,硕士生导师,博士.E-mail:Zhichenwang@163.com

间存在 ITZ,并在沥青混合料细观力学模型中加入了 ITZ.付军等^[4]在此基础上,将沥青与集料的细观界面厚度、界面弹性模量和界面强度设为非显性结构完整性直接参数.随着微纳米技术的推广应用,Zhu 等^[5]利用能量色散 X 射线能谱仪(EDS)等纳米尺度测量技术,证实了 ITZ 的存在.Lana 等^[6]通过原子力显微镜(AFM)试验,测得 ITZ 的模量在沥青与集料的模量之间呈梯度变化.在众多纳米测试技术中,纳米压痕仪主要用于测量纳米尺度的硬度与弹性模量.Tarefder 等^[7]采用纳米压痕研究了沥青和沥青混合料,相较于球形压头,使用 Berkovich(尖锥和三面锥体)压头更能穿透沥青样本.Abd 等^[8]通过纳米压痕(NI)试验发现,随着温度的升高,沥青更多地扩散到集料中,改善了 ITZ 的纳米力学性能.因此,通过纳米压痕技术可以更加有效地研究 ITZ 的力学性能.

ITZ 的断裂韧度(K_{Ic})是表征沥青混合料抗开裂性能的重要参数.目前,针对沥青混合料断裂韧度的研究仍然集中于宏观尺度上,针对 ITZ 微观断裂韧度的研究鲜有报道.为此,本文利用纳米压痕技术对不同集料和沥青的 ITZ 进行识别,并对得到的力学性能展开分析,计算 ITZ 的微观断裂韧度.该研究对于探究沥青混合料的微观断裂机理具有重要意义.

1 试验

1.1 试样制备

沥青采用 A-90 沥青和 SBS 改性沥青,其技术性能如表 1 所示.集料为玄武岩和石灰岩,密度分别为 2.755、2.806 g/cm³.填料采用矿粉,密度为 2.669 g/cm³.配合比设计采用 AC-16 合成级配,如表 2 所示.最佳油石比(质量比)为 4.7%,按照 JTG E20—2011《公路工程沥青及沥青混合料试验规程》,成型沥青混合料标准马歇尔试件.

首先,将试件在 -20℃ 条件下冷冻保存 24 h,有效改善其平整度^[9];然后,采用切割机将试件切割成尺寸为 15 mm×15 mm×10 mm 的长方体,切割时应用水冲刷,防止试件温度过高;最后,采用 200[#]、400[#]、

表 1 沥青的技术性能

Technical property	A-90	SBS modified asphalt
Penetration(25℃, 100 g, 5 s)/(0.1 mm)	85	72
Softening point/℃	46	73
Solubility/%	99.88	≥99.5
Ductility(5 cm·min ⁻¹ , 5℃)/cm	>150	52.2
Density(15℃)/(g·cm ⁻³)	1.009	1.016
Flash point/℃	254.0	270.8

800[#]、1 200[#]砂纸和抛光布对试件表面进行研磨和抛光,以避免出现倾斜压痕.

1.2 试验方法

研究采用 Micro Materials Ltd 制造的 Hysitron TI 950 型纳米压痕仪,可选择荷载控制或位移控制模式.压头类型对探针深度有重要影响,并且 Berkovich 压头比球形压头更适合沥青胶结料^[10].因此,本研究采用 Berkovich 压头的位移模式获得典型的压痕载荷(P)-位移(h)曲线(见图 1).其中, P_{max} 为压痕载荷峰值, h_{max} 为峰值载荷时的压痕深度, h_t 为卸载后的残余压痕深度, h_c 为接触深度.

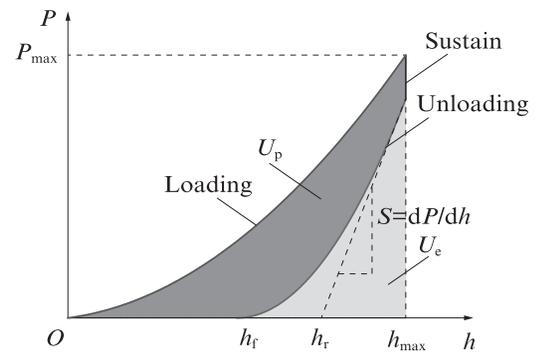


图 1 纳米压痕的载荷-深度曲线
Fig. 1 P-h curve of nanoindentation

一般情况下,沥青材料具有典型的黏弹特性,在卸载过程中,压痕深度的增大导致卸载曲线呈负斜率.Huang 等^[11]的研究表明,引入和延长停留时间可以释放沥青的蠕变变形,消除这种影响.本研究将纳

表 2 AC-16 级配
Table 2 AC-16 gradation

Gradation	Passing percentage(by mass)/%										
	19 mm	16 mm	13.2 mm	9.5 mm	4.75 mm	2.36 mm	1.18 mm	0.6 mm	0.3 mm	0.15 mm	0.075 mm
Top limit	100.0	100.0	92.0	80.0	62.0	48.0	36.0	26.0	18.0	14.0	8.0
Lower limit	100.0	90.0	76.0	60.0	34.0	20.0	13.0	9.0	7.0	5.0	4.0
Mid value	100.0	95.0	84.0	70.0	48.0	34.0	24.5	17.5	12.5	9.5	6.0
Composite	100.0	97.0	82.0	68.0	50.0	35.0	24.0	16.0	11.0	9.0	5.0

米压痕仪应用于集料和沥青胶浆的表面,包括加载、停留和卸载阶段.基于荷载-位移曲线来评估材料的力学性能,通过奥利弗-法尔分析方法^[12]得出其折合模量(E_r)和硬度值(H),以此来分析弹性或黏弹性材料的性能.在奥利弗-法尔法中,材料的折合模量和硬度通过荷载-位移曲线卸载段顶端的斜率计算:

$$E_r = \frac{1}{\beta} \times \frac{S}{2} \times \frac{\sqrt{\pi}}{\sqrt{A_c}} \quad (1)$$

$$H = \frac{P_{\max}}{A_c} \quad (2)$$

式中: β 为尖端几何修正因子,在本研究中 $\beta=1.034$; S 为卸载曲线中由斜率确定的刚度, N/m; A_c 为压痕荷载下压痕尖端的投影接触面积, m^2 .

在奥利弗-法尔法中,接触面积可以利用压头与试样的接触深度(h_c)和压头的几何模型计算得出,如图2所示.

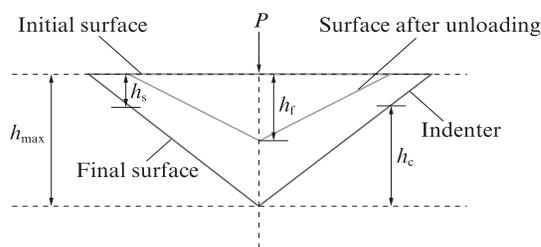


图2 压头压入深度示意图

Fig. 2 Schematic diagram of indentation depth of indenter

由图2可知,压头压入总深度 $h_{\max}=h_c+h_s$, h_s 为压头与试样接触面至试样表面的距离.在 h_c 已知的情况下,结合压头的几何形状,即可计算出接触面积.卸载过程中,压痕深度的恢复由试件的弹性模量(E_s)决定.假设压头的弹性模量(E_i)已知,则 E_s 可以用式(3)、(4)确定.

$$\frac{1}{E_r} = \frac{1 - \nu_s^2}{E_s} + \frac{1 - \nu_i^2}{E_i} \quad (3)$$

$$E_s = (1 - \nu_s^2) \times \left[\frac{1}{E_r} - \frac{1 - \nu_i^2}{E_i} \right]^{-1} \quad (4)$$

式中: ν_s 为试样的泊松比, GPa; ν_i 为压头的泊松比, GPa.本研究所用压头的弹性模量为1 140 GPa,泊松比为0.07.根据文献^[13]可知,沥青混合料的泊松比对计算结果的影响较小,因此本研究采用试样的泊松比为0.3.

在荷载控制模式下,由于沥青胶浆、ITZ和集料的力学性能不同,最终压痕深度会有较大的差异^[14].因此,本研究采用位移控制模式,测试区域为 $40 \mu m \times 20 \mu m$,对试样设置 5×3 个测试点位,相邻点之间的距离为 $10 \mu m$,以避免相邻压痕的变形干扰,具体如图3

所示.待压头与试样表面接触后,以 10 nm/s 的恒定速率垂直向下移动,直至达到 200 nm 的最大深度,保持 20 s ,在此之后,以相同的恒定速率卸载.

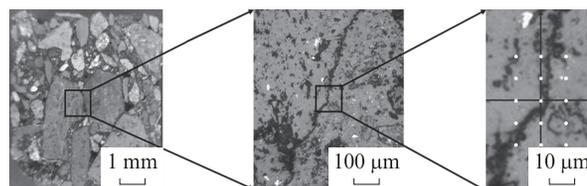


图3 纳米压痕试验测试区域

Fig. 3 Nanoindentation experimental testing area

2 结果与分析

2.1 荷载-位移曲线

界面过渡区可以看作由集料力学性能向沥青胶浆力学性能过渡的区域.图4为沥青混合料的荷载-位移曲线.由图4可见:由于集料的刚度较大,因此产生了较大的响应荷载;反之,沥青具有较小的响应荷载,而ITZ的响应荷载介于集料与沥青胶浆之间,可以明显区分出不同的区域.

图5为沥青混合料不同位置的荷载-位移曲线.由图5可知,集料的压痕荷载峰值大于沥青胶浆的压痕荷载峰值,ITZ的最大压痕荷载和回弹量则介于集料和沥青胶浆的最大压痕荷载和回弹模量之间.ITZ是由沥青混合料中的集料和沥青胶浆发生复杂物理、化学反应所形成的,处于集料和沥青胶浆之间,相当于一种过渡态材料^[14],本研究的试验结果与该过渡区的性能表征相一致.纳米压痕试验在试样沥青胶浆部位部分点位产生波动,这可能是由试样表面粗糙度或试样两相差异过大所引起的.

图6为不同位置的荷载-时间曲线.由图6可见:集料和ITZ具有相近的荷载-时间曲线形态,而沥青胶浆区域的荷载-时间曲线则出现了明显的拐点;在维持位移期间,集料损失了19%的荷载,ITZ损失了26%的荷载,而沥青胶浆损失了42%的荷载,证明ITZ的力学性能更接近于集料.

2.2 微观力学性能

2.2.1 弹性模量和硬度

沥青胶浆与集料界面的交互作用包括化学吸附、物理吸附和机械嵌锁等,使集料表面周围形成了致密的界面结构^[15].为了表征ITZ的微观力学性能,利用纳米压痕试验数据生成测试区域压痕弹性模量的二维等高线,如图7所示.由图7可见:

(1)石灰岩沥青混合料ITZ的厚度大于玄武岩沥青混合料ITZ,而石灰岩沥青混合料ITZ的弹性模

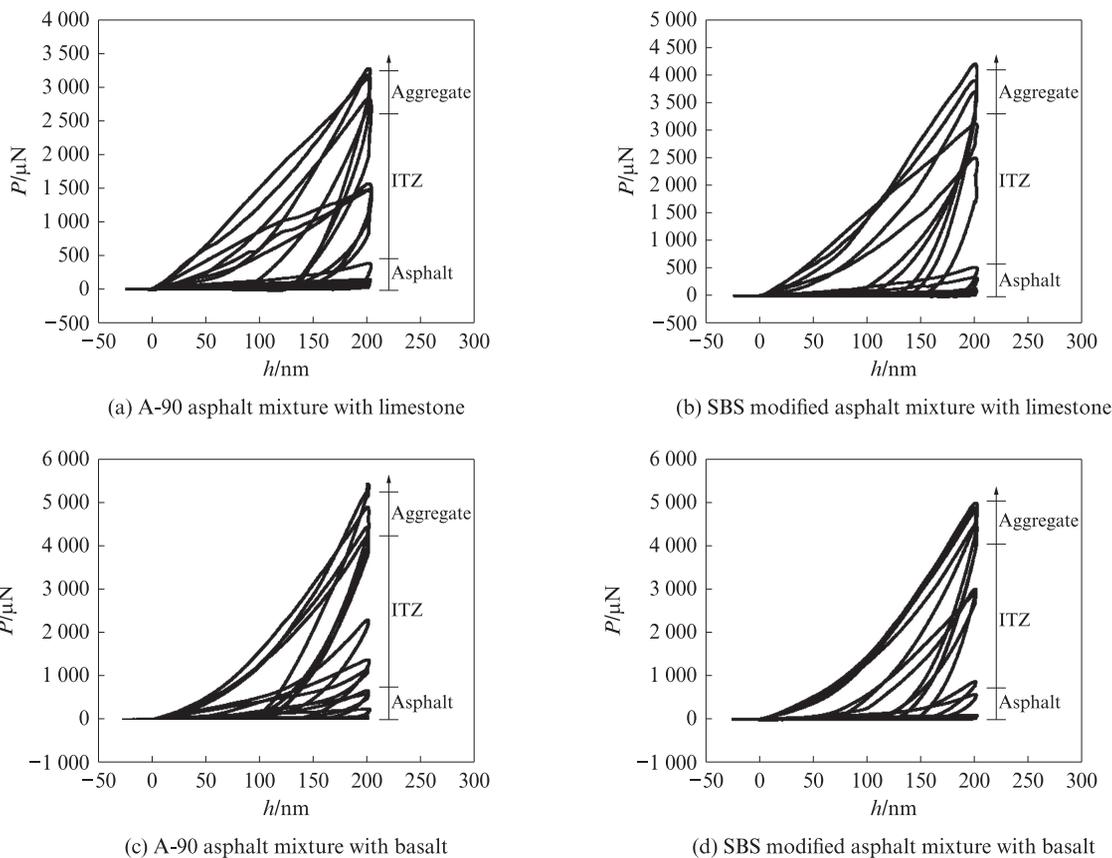


图4 沥青混合料的荷载-位移曲线

Fig. 4 $P-h$ curves of asphalt mixtures

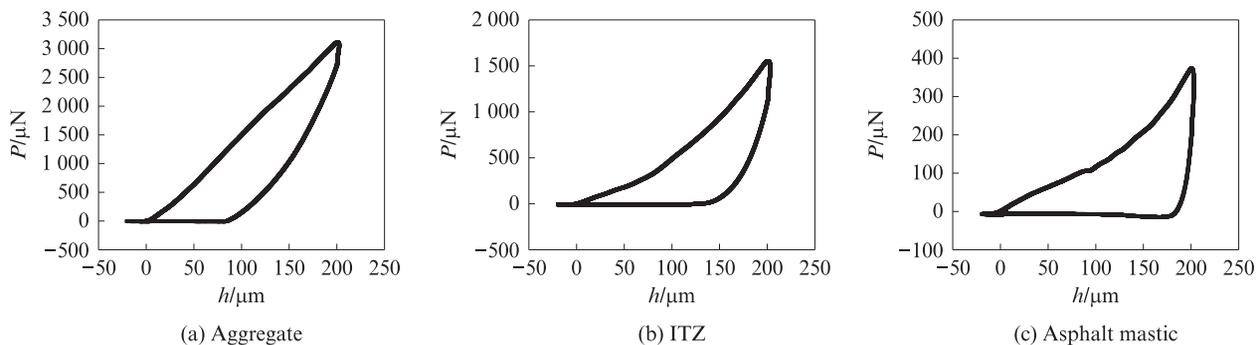


图5 沥青混合料不同位置的荷载-深度曲线

Fig. 5 $P-h$ curves of asphalt mixtures at different positions

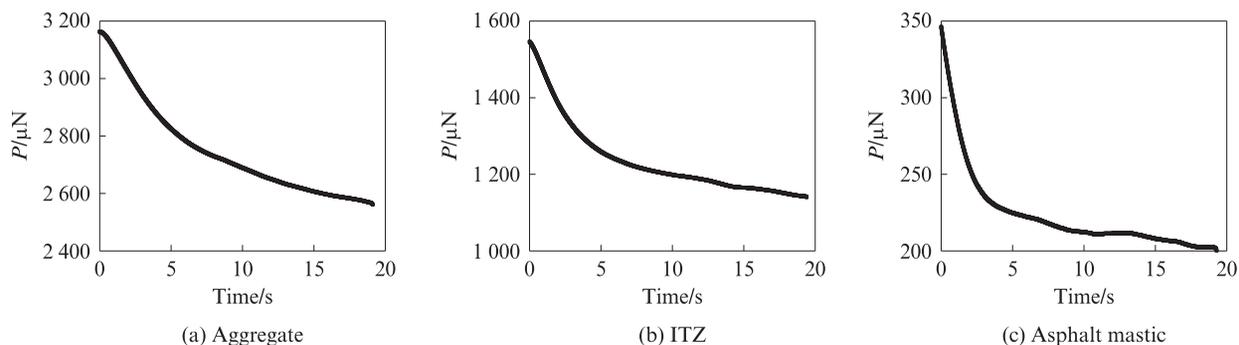


图6 沥青混合料不同位置的荷载-时间曲线

Fig. 6 Load-time curves of asphalt mixtures at different positions

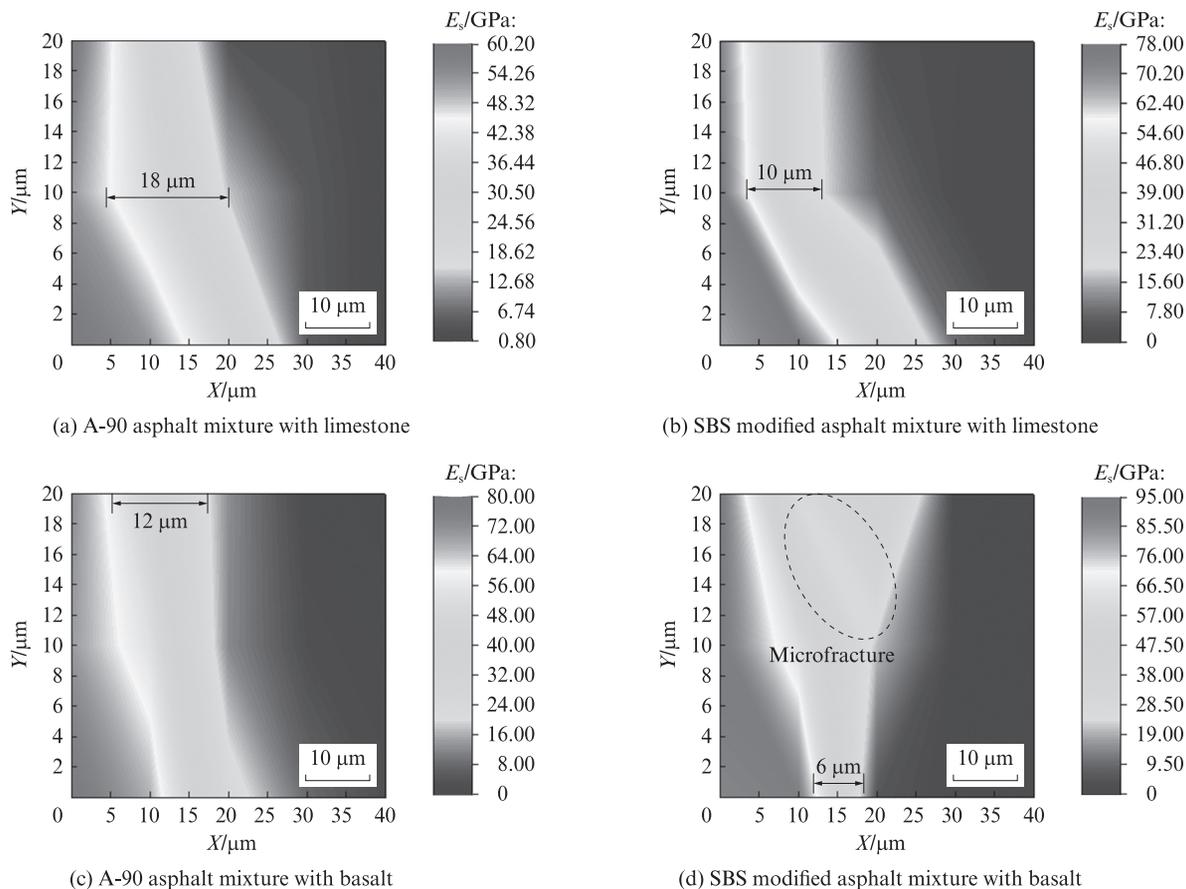


图7 沥青混合料的纳米压痕弹性模量分布

Fig. 7 Distribution of elastic modulus of asphalt mixtures in nanoindentation

量小于玄武岩沥青混合料ITZ,这是由于玄武岩的弹性模量高于石灰岩,石灰岩表面相较于玄武岩可以吸附更多的沥青^[11].

(2)SBS改性沥青混合料与A-90沥青混合料ITZ的厚度几乎一致,但SBS改性沥青混合料ITZ的弹性模量大于基质沥青混合料ITZ.这是因为SBS改性剂的加入并没有改变ITZ的厚度,形成ITZ的SBS改性沥青弹性的模量高于基质沥青.因此,ITZ的厚度主要与集料的类型相关,ITZ的弹性模量则主要由集料和沥青的类型共同决定.石灰岩沥青混合料ITZ的厚度最大为18 μm ,最小为10 μm ,玄武岩沥青混合料ITZ的厚度最大为12 μm ,最小为6 μm .低模量的部分嵌入到相对高模量的区域(图7(d)),可能是由于ITZ在形成的过程中产生了微裂缝^[16],从而形成的一块薄弱区域,该区域的弹性模量介于ITZ和沥青胶浆之间.

图8为沥青混合料的硬度分布.由图8可见:石灰岩沥青混合料ITZ的硬度小于玄武岩沥青混合料ITZ;SBS改性沥青混合料ITZ的硬度与基质沥青混合料ITZ的硬度差异不明显,这是因为形成ITZ的集料硬度远高于沥青胶浆硬度.因此,ITZ的硬度主要

与集料的种类有关.另外,从图8中得到的沥青混合料ITZ的厚度范围与图7得到的沥青混合料ITZ的厚度范围一致,玄武岩沥青混合料ITZ的厚度为6~12 μm ,石灰岩沥青混合料ITZ的厚度为10~18 μm .

2.2.2 微观断裂韧度

在以往的研究中发现,裂缝大部分集中产生在ITZ,这是由于集料与沥青胶浆两种不同弹性模量材料引起的高应力集中,从而使ITZ成为沥青混合料的薄弱环节^[17].为进一步了解ITZ的微观力学性能,本研究将对ITZ的微观断裂韧度进行分析.

基于纳米压痕试验数据,通常可采用径向裂纹长度压痕法和能量分析法来测定材料的断裂韧度.基于径向裂纹长度方法,利用纳米压痕技术,可通过直接测量金刚石压头所产生的裂缝来测定断裂韧度.在最常用的直接法计算模型中,断裂韧度与平均裂缝长度(c ,压头中心到裂缝端部的长度)存在以下关系:

$$K_{IC} = \alpha \left(\frac{E_s}{H} \right) \frac{P_{\max}}{c^{3/2}} \quad (5)$$

式中: α 为压头形状参数,对于Berkovich型压头, $\alpha=0.016$.

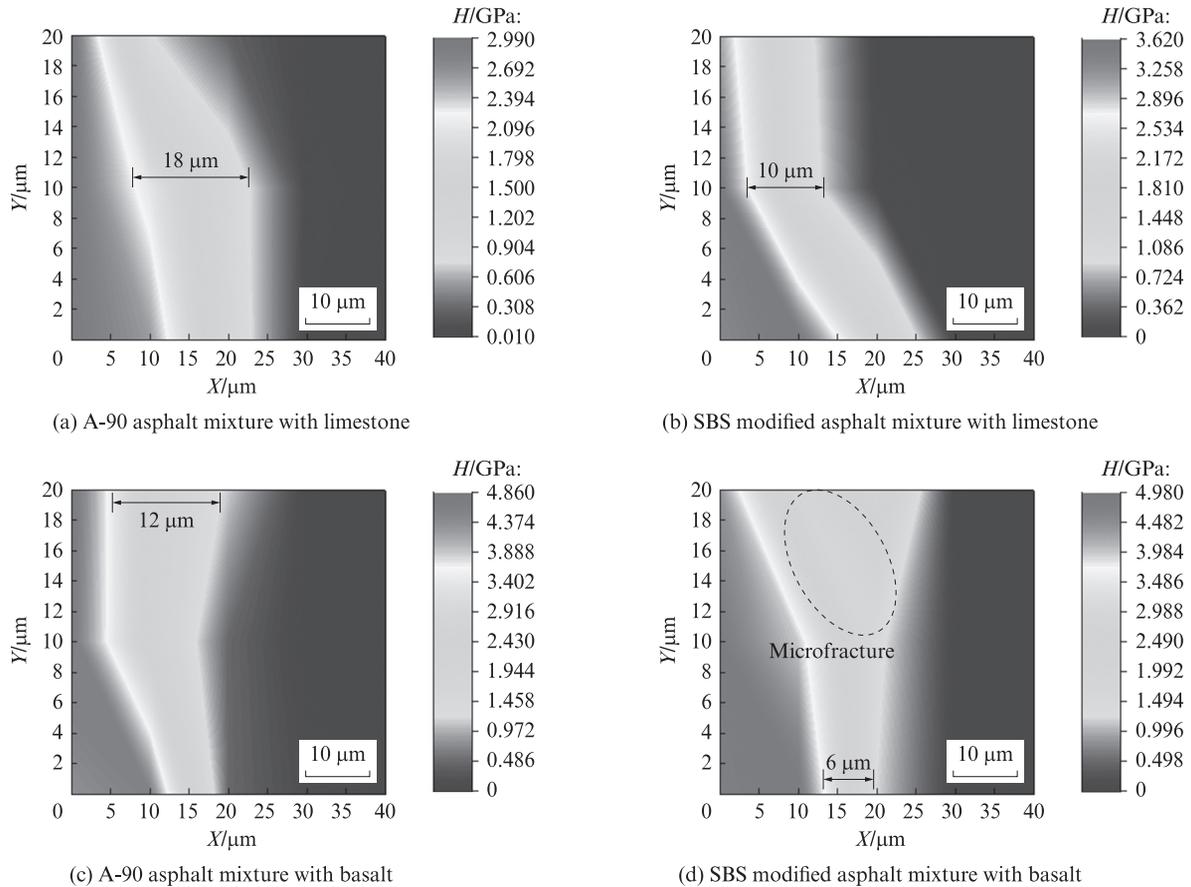


图8 沥青混合料的硬度分布

Fig. 8 Hardness distribution of asphalt mixtures

对于沥青混合料来说,在镜头下观测不到裂纹,而实际上沥青混合料内部已发生了微观开裂.因此,本研究采用能量分析法来测定断裂韧度:试验过程中输入的总能量为 U_t ,由卸载回弹的弹性能为 U_e 和纯塑性能 U_p 构成,其中 U_p 由断裂能 U_c 和塑性能 U_{pp} 构成^[18]:

$$U_t = U_e + U_p = U_e + U_c + U_{pp} \quad (6)$$

$$\frac{U_{pp}}{U_t} = 1 - \frac{1 - 3\left(\frac{h_f}{h_{max}}\right)^2 + 2\left(\frac{h_f}{h_{max}}\right)^3}{1 - \left(\frac{h_f}{h_{max}}\right)^2} \quad (7)$$

裂缝产生的临界能量释放率(G_c):

$$G_c = \frac{U_c}{A_{max}} \quad (8)$$

式中: A_{max} 为最大压入深度时的接触面积, m^2 .对于Berkovich压头:

$$A_{max} = 24.56h_{max}^2 \quad (9)$$

则被测材料的断裂韧度为:

$$K_{IC} = \sqrt{G_c E_r} \quad (10)$$

图9为沥青混合料的平均断裂韧度及标准差.断裂韧度可正向表征 ITZ 抵抗裂缝扩展的能力,其值

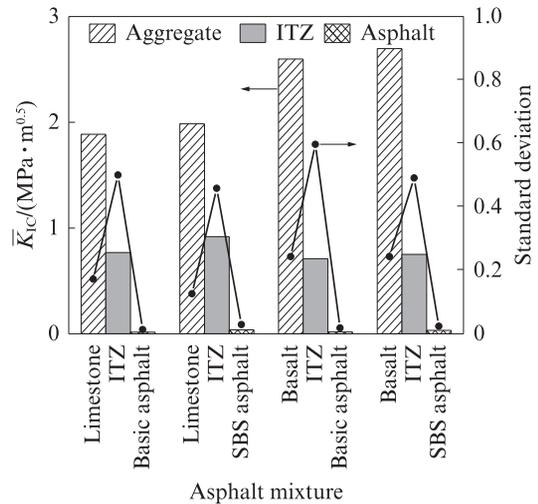


图9 沥青混合料的平均断裂韧度及标准差

Fig. 9 Average fracture toughness and standard deviation of asphalt mixtures

越大,ITZ抗裂缝延展的能力越强.由图9可见:

(1)集料的平均断裂韧度为ITZ平均断裂韧度的2~4倍,ITZ的平均断裂韧度为沥青胶浆平均断裂韧度的20~30倍,ITZ的断裂韧度标准差大于集料和沥青胶浆的断裂韧度标准差,说明ITZ的断裂韧度受集料的影响较大,断裂韧度的波动性较大,力

学稳定性能较差.这进一步表明,ITZ由于处于沥青胶浆和集料的两相交接地带,容易产生应力集中^[17],裂缝更容易在ITZ出现.

(2)石灰岩SBS改性沥青混合料ITZ的平均断裂韧度为 $0.919 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{0.5}$,高于其他沥青混合料ITZ的平均断裂韧度.玄武岩基质沥青混合料ITZ的平均断裂韧度为 $0.711 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{0.5}$,低于其他沥青混合料ITZ的平均断裂韧度.在相同集料条件下,SBS改性沥青混合料ITZ的断裂韧度均值大于基质沥青混合料ITZ的断裂韧度,并且SBS改性沥青混合料ITZ的断裂韧度标准差小于基质沥青混合料ITZ的断裂韧度标准差.这是因为SBS改性沥青混合料ITZ的弹性模量高于基质沥青混合料ITZ的弹性模量,SBS

改性沥青胶浆与集料形成的ITZ更加稳定,抗开裂性能更优.在相同沥青条件下,石灰岩沥青混合料ITZ的断裂韧度均值大于玄武岩沥青混合料ITZ的断裂韧度,石灰岩沥青混合料ITZ的断裂韧度标准差小于玄武岩沥青混合料ITZ的断裂韧度标准差.这是由于石灰岩表面吸附了更多的沥青,ITZ更厚,断裂韧度更大,抵抗裂缝扩展的性能更好,整体力学性能更加稳定.

图10为沥青混合料ITZ的断裂韧度分布.由图10可见,靠近沥青胶浆的ITZ的断裂韧度小于靠近集料的ITZ的断裂韧度.ITZ的断裂韧性值愈高,裂缝失稳扩展所需的临界应力愈大,因此沥青混合料更容易在ITZ和沥青胶浆的交界处发生脆性断裂.

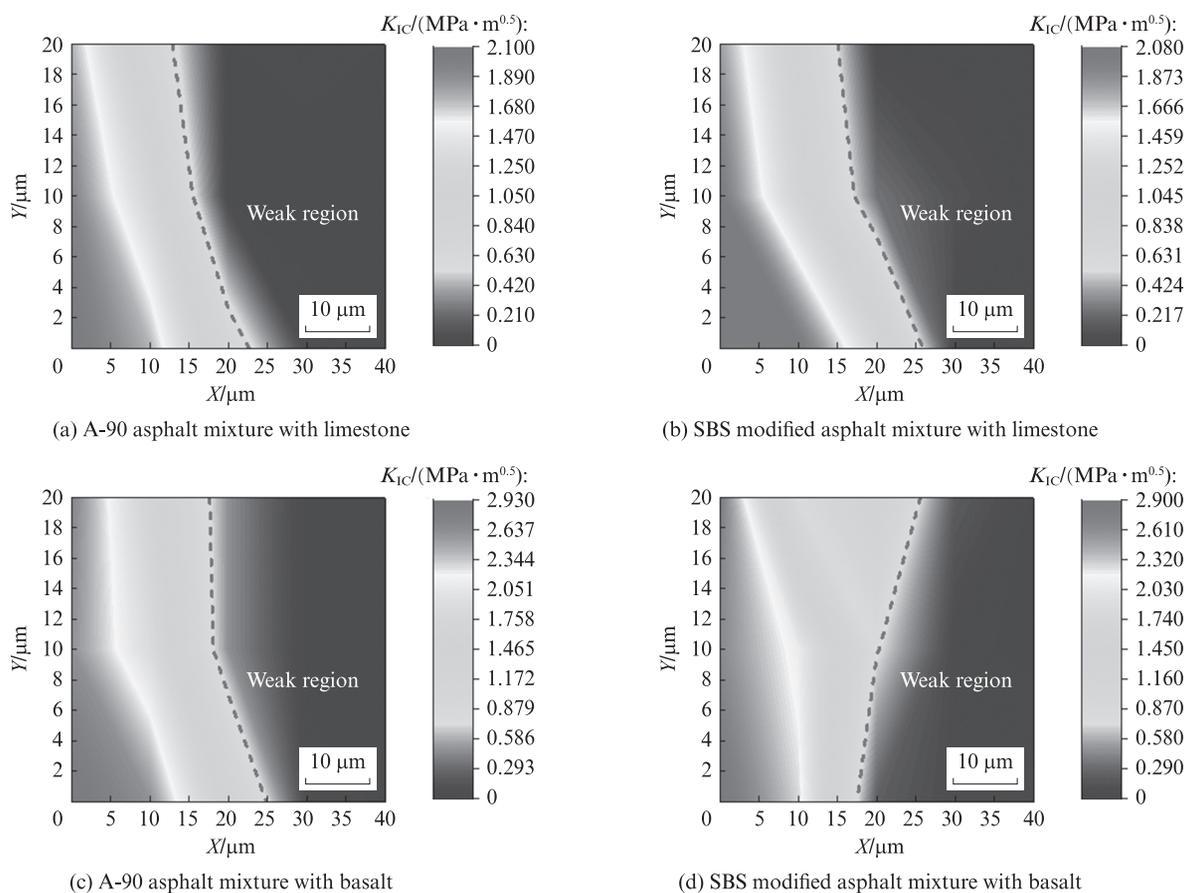


图10 沥青混合料ITZ的断裂韧度分布

Fig. 10 Distribution of fracture toughness of ITZ of asphalt mixtures

3 结论

(1)利用纳米压痕试验可以对沥青混合料的界面过渡区(ITZ)进行有效识别,沥青的种类对沥青混合料ITZ的厚度没有明显的影响,而集料的种类对沥青混合料ITZ的厚度具有一定的影响,其中石灰岩沥青混合料ITZ的厚度为 $10\sim 18 \mu\text{m}$,玄武岩沥青混合料ITZ的厚度为 $6\sim 12 \mu\text{m}$.

(2)沥青混合料ITZ的弹性模量介于集料与沥青胶浆的弹性模量之间,靠近集料区域ITZ的弹性模量远高于远离集料区域ITZ的弹性模量,且其力学性能与集料更为接近.

(3)沥青混合料ITZ的硬度主要与集料的种类相关.石灰岩沥青混合料ITZ的硬度小于玄武岩沥青混合料ITZ的硬度,SBS改性沥青混合料ITZ的硬度与基质沥青混合料ITZ的硬度差异不明显.

(4) 沥青混合料 ITZ 的断裂韧度与沥青和集料的种类相关。在相同集料条件下, SBS 改性沥青混合料 ITZ 的断裂韧度均值大于 A-90 沥青混合料 ITZ 的断裂韧度; 在相同沥青条件下, 石灰岩沥青混合料 ITZ 的断裂韧度高于玄武岩沥青混合料 ITZ 的断裂韧度。

(5) 沥青胶浆的抗开裂性能随着断裂韧度的增大而增大, ITZ 和沥青胶浆的交界处容易出现裂缝, 特别是沥青混合料更容易在 ITZ 和沥青胶浆的交界处发生脆性断裂。

(6) ITZ 的断裂韧度可以较好地表征其抵抗裂缝扩展的能力, 可作为沥青胶浆与集料界面开裂机制及材料组成设计优化的评价指标。微观尺度 ITZ 的断裂韧度与宏观尺度沥青混合料的界面抗裂能力存在关联性, 后续研究将利用多尺度方法进一步探究沥青混合料界面区域的宏微观断裂行为。

参考文献:

- [1] HU J, HUANG Q B, LOU N, et al. Microstructural characteristics of interfacial zone in asphalt mixture considering the influence of aggregates properties[J]. *Materials*, 2020, 13(11): 2558.
- [2] 孙瑜, 李立寒. 基于表面能理论的沥青混合料抗剥落性能[J]. *建筑材料学报*, 2016, 19(2): 285-291.
SUN Yu, LI Lihan. Anti-stripping of asphalt mixture based on surface energy theory[J]. *Journal of Building Materials*, 2016, 19(2):285-291. (in Chinese)
- [3] XU G J, WANG H. Molecular dynamics study of interfacial mechanical behavior between asphalt binder and mineral aggregate [J]. *Construction and Building Materials*, 2016, 121:246-254.
- [4] 付军, 李忠杰, 杨荣琦, 等. 沥青路面非显性结构完整性失效特性分析[J]. *长安大学学报(自然科学版)*, 2021, 41(4):11-20.
FU Jun, LI Zhongjie, YANG Rongqi, et al. Research on invisible structure integrity damages of asphalt pavement [J]. *Journal of Chang'an University(Natural Science)*, 2021, 41(4): 11-20. (in Chinese)
- [5] ZHU X Y, YUAN Y, LI L H, et al. Identification of interfacial transition zone in asphalt concrete based on nano-scale metrology techniques[J]. *Materials & Design*, 2017, 129:91-102.
- [6] LANA A Q, MUNIR D N, SAVAS K, et al. AFM-based approach to study blending between RAP and virgin asphalt binders[J]. *Journal of Materials in Civil Engineering*, 2018, 30(3):04017300.
- [7] TAREFDER R A, ZAMAN A M, UDDIN W. Determining hardness and elastic modulus of asphalt by nanoindentation[J]. *International Journal of Geomechanics*, 2010, 10(3):106-116.
- [8] ABD D M, AL-KHALID H, AKHTAR R. An investigation into the impact of warm mix asphalt additives on asphalt mixture phases through a nano-mechanical approach[J]. *Construction and Building Materials*, 2018, 189:296-306.
- [9] 杜健欢, 任东亚, 艾长发, 等. 沥青混合料低温裂纹扩展演化行为分析[J]. *建筑材料学报*, 2022, 25(3):300-306.
DU Jianhuan, REN Dongya, AI Changfa, et al. Low temperature crack propagation and evolution of asphalt mixtures[J]. *Journal of Building Materials*, 2022, 25(3):300-306. (in Chinese)
- [10] TAREFDER R A, ZAMAN A M. Nanoscale evaluation of moisture damage in polymer modified asphalts[J]. *Journal of Materials in Civil Engineering*, 2010, 22(7):714-725.
- [11] HUANG Q B, QIAN Z D, HU J, et al. Investigation on the properties of aggregate-mastic interfacial transition zones (ITZs) in asphalt mixture containing recycled concrete aggregate [J]. *Construction and Building Materials*, 2020, 269:121257.
- [12] 周璐, 黄卫东, 吕泉. 干湿条件下沥青自愈性能评价与机理分析[J]. *建筑材料学报*, 2021, 24(1):137-145.
ZHOU Lu, HUANG Weidong, LÜ Quan. Evaluation and mechanism analysis of asphalt self healing property under dry and wet conditions[J]. *Journal of Building Materials*, 2021, 24(1): 137-145. (in Chinese)
- [13] 盖海东, 冯春花, 董一娇, 等. 纳米压痕技术应用于水泥基材料的研究进展[J]. *材料导报*, 2020, 34(7):7107-7114.
GAI Haidong, FENG Chunhua, DONG Yijiao, et al. A review on the application of nanoindentation in the research of cement-based materials[J]. *Materials Reports*, 2020, 34(7): 7107-7114. (in Chinese)
- [14] 付军, 熊定邦, 李忠杰, 等. 沥青混合料界面区微米划痕试验与参数分析[J]. *建筑材料学报*, 2023, 26(1):78-84.
FU Jun, XIONG Dingbang, LI Zhongjie, et al. Micron-scratch test and parameter analysis of asphalt mixture interfacial transition area[J]. *Journal of Building Materials*, 2023, 26(1):78-84. (in Chinese)
- [15] TAREFDER A, FAISAL H. Nanoindentation characterization of asphalt concrete aging [J]. *Journal of Nanomechanics and Micromechanics*, 2013, 4(1):0000061.
- [16] FAISAL H, KHAN Z, TAREFDER R. Identification and characterization of asphalt concrete phases using nanoindentation creep analysis[J]. *Journal of Transportation Engineering, Part B: Pavements*, 2019, 145(2):04019010.
- [17] 崔亚楠, 邢永明, 倪文琛. 基于微观结构特征的沥青混合料断裂机理研究[J]. *建筑材料学报*, 2013, 16(1):86-90.
CUI Yanan, XING Yongming, NI Wenchen. Study on split mechanism of asphalt mixture based on meso-structure feature[J]. *Journal of Building Materials*, 2013, 16(1):86-90. (in Chinese)
- [18] 陈显辉, 程毅, 谢欣玥, 等. 基于纳米压痕实验的大理岩宏微观力学参数关联性研究[J]. *岩土力学*, 2023, 44(12):3551-3564.
CHEN Xianhui, CHENG Yi, XIE Xinyue, et al. Correlation study of macro and micro mechanical parameters of marble based on nanoindentation experiment [J]. *Rock and Soil Mechanics*, 2023, 44(12):3551-3564. (in Chinese)