

新型沥青混合料掺加料玉米秸秆纤维的 制备工艺及改性方法

徐豪¹,王琨^{1*},樊丽然¹,吴明君²

1. 山东交通学院交通土建工程学院,山东 济南 250357;

2. 济南北方交通工程咨询监理有限公司,山东 济南 250031

摘要:为扩大改性玉米秸秆纤维在沥青路面施工中的应用,采用机械剪切方式湿法制备玉米秸秆纤维,并采用NaOH溶液对其改性,通过酸碱度、吸油性、耐热性、灰分含量及吸持性试验分析改性玉米秸秆纤维的路用性能。结果表明:玉米秸秆纤维的最佳改性工艺为在质量分数为5%的NaOH溶液中浸润30 min;改性后玉米秸秆纤维呈弱碱性,与沥青的黏附性增强,吸油性和耐热性明显提高,抗拉强度略有减小,与沥青的相容性提高约10%。改性后玉米秸秆纤维的路用性能得到提升,与木质素纤维相近,可替代木质素纤维作为沥青混合料的掺加料,降低工程成本。

关键词:玉米秸秆纤维;制备工艺;改性方法;路用性能;沥青混合料

中图分类号:U214.7⁺5;U416.03

文献标志码:A

文章编号:1672-0032(2023)02-0102-07

引用格式:徐豪,王琨,樊丽然,等. 新型沥青混合料掺加料玉米秸秆纤维的制备工艺及改性方法[J]. 山东交通学院学报,2023,31(2):102-108.

XU Hao, WANG Kun, FAN Liran, et al. Preparation technology and modification method of corn stover fiber as new asphalt admixture[J]. Journal of Shandong Jiaotong University, 2023, 31(2): 102-108.

0 引言

近年来,玉米秸秆纤维因吸油性和耐热性好,韧性大,在沥青混合料中可起到加筋增韧、提高路面高温低温稳定性、减少道路反射裂缝等作用,在沥青路面施工中得到推广应用^[1-5]。但纤维制备过程复杂,且天然秸秆纤维具有亲水性,不利于纤维与沥青相容,需要对秸秆纤维进行改性处理^[6-7]。

通常采用碱处理方法降低纤维的亲水性^[8-9],同时提高纤维表面的清洁度和粗糙度^[10],增大比表面积^[11],提高纤维与沥青的相容性。Chen等^[12]发现,对竹纤维进行碱处理后,纤维素质量分数增大,纤维比表面积增大,力学性能得到较大提升。Rachchh等^[13]采用氢氧化钠对蔗渣纤维进行表面碱处理,发现碱处理不仅可去除纤维表面的蜡及油分,还可增大纤维表面的粗糙度。Ahad等^[14]分别采用酸和碱对椰子壳、香蕉茎和蔗渣纤维进行化学改性处理,发现碱处理更适合天然纤维改性,碱处理后天然纤维的抗拉强度提高。经相同介质、相同浸泡时间和相同溶液改性后,不同种类天然纤维的抗拉强度也不同。纤维的表面形态决定纤维与沥青的结合力,进而影响纤维的力学或物理性能。

为提高掺加玉米秸秆纤维后沥青混合料的路用性能,本文优化玉米秸秆纤维的制备工艺,选择最佳

收稿日期:2022-07-31

基金项目:山东省交通运输厅科技计划项目(2019B65)

第一作者简介:徐豪(1997—),男,山东临沂人,硕士研究生,主要研究方向为交通基础设施建设,E-mail: 1416201627@qq.com。

*通信作者简介:王琨(1978—),女,山东平原人,教授,工学博士,主要研究方向为路面材料,E-mail: 204053@sdjtu.edu.cn。

改性方法,对改性前、后玉米秸秆纤维的性能进行对比,分析加工工艺和改性方法的可行性。

1 玉米秸秆纤维的制备及微观结构

玉米秸秆皮中含丰富的纤维素、半纤维素及木质素,韧性好、强度高、抗腐能力强、机械性能良好;玉米秸秆芯力学性能和机械性能较差,易腐烂^[15]。考虑纤维的力学性能要求,宜选用玉米秸秆皮制备玉米秸秆纤维。目前常用的纤维制备方法有蒸汽爆破法^[16]、机械-剪切法等,本文选用机械-剪切法。制备玉米秸秆纤维的工艺流程为玉米秸秆预处理、浸泡、去芯取皮、剪段、剪切破碎、干燥、筛分等。对干燥的玉米秸秆进行破碎处理,成品呈粉末状,不具备纤维基本形态^[17],本文采用湿法制备玉米秸秆纤维,如图 1 所示。

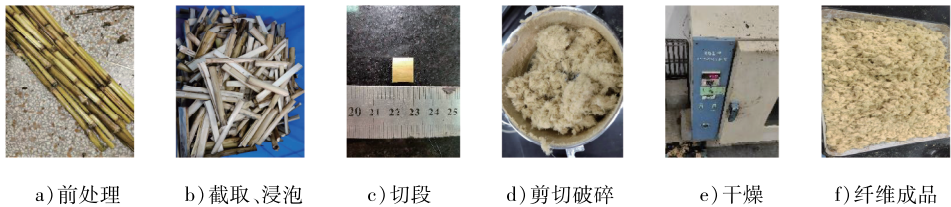


图 1 玉米秸秆纤维湿法制备流程

将玉米秸秆进行去根、去叶、去节处理,取秸秆 2/3 高度以下部分,先将其在清水中浸泡 4 h 便于去芯取皮,再将晾至表干状态的玉米秸秆皮剪切为约 10 mm 的小段,采用转速为 30 000 r/min 的多功能粉碎机破碎 2 min,放入烘箱,在 60 ℃干燥超过 8 h,将干燥后的玉米秸秆纤维放入密封袋储存备用。采用湿法制备的玉米秸秆纤维形态最佳,提取率最高。

1.1 玉米秸秆纤维筛分

采用边长分别为 0.15、0.30、0.60、1.18 mm 的标准方孔筛进行筛分,筛分后每级筛上选取 50 根玉米秸秆纤维,采用可调节观测倍数的纤维的图像分析仪读取玉米秸秆纤维的最大长度,测量结果如表 1 所示。

表 1 不同边长方孔筛筛分的玉米秸秆纤维长度分布

方孔筛 边长/mm	不同长度范围的玉米秸秆纤维根数								
	0.5~1.0	>1.0~1.5	>1.5~2.0	>2.0~2.5	>2.5~3.0	>3.0~3.5	>3.5~4.0	>4.0~4.5	>4.5~5.0
	mm	mm	mm	mm	mm	mm	mm	mm	mm
1.18	0	0	0	0	0	0	0	0	3
0.60	0	0	0	0	0	8	16	12	6
0.30	0	0	20	16	11	3	0	0	0
0.15	5	26	6	10	3	0	0	0	0

方孔筛 边长/mm	不同长度范围的玉米秸秆纤维根数							玉米秸秆纤维 平均长度
	>5.0~5.5	>5.5~6.0	>6.0~6.5	>6.5~7.0	>7.0~7.5	>7.5~8.0	>8.0~8.5	
	mm	mm	mm	mm	mm	mm	mm	
1.18	0	0	7	10	12	16	2	7.06
0.60	4	4	0	0	0	0	0	4.40
0.30	0	0	0	0	0	0	0	2.47
0.15	0	0	0	0	0	0	0	1.49

由表 1 可知:边长为 1.18 mm 的方孔筛上玉米秸秆纤维长度普遍超过 6.0 mm,不满足文献[18]的要求范围;边长为 0.15 mm 的方孔筛上玉米秸秆纤维的长度主要集中在 1.0~1.5 mm,纤维形态近似粉末

状,故将边长分别为 1.18、0.15 mm 的方孔筛上纤维舍弃。边长为 0.30、0.60 mm 的方孔筛上纤维平均长度分别为 2.47、4.40 mm,平均长度与最大长度均小于 6.0 mm,满足文献[18]要求,且形态保持纤维状。从边长为 0.30、0.60 mm 的方孔筛上共选取 50 根玉米秸秆纤维,测量纤维长度,结果如表 2 所示。

表 2 边长为 0.30、0.60 mm 的方孔筛筛上玉米秸秆纤维长度分布

纤维长度 范围/mm	1.0~1.5	>1.5~2.0	>2.0~2.5	>2.5~3.0	>3.0~3.5	>3.5~4.0	>4.0~4.5	>4.5~5.0
纤维根数	0	6	9	11	14	6	3	1

由表 2 可知:边长为 0.30、0.60 mm 的方孔筛上的玉米秸秆纤维平均长度为 3.82 mm,最大长度范围为 4.5~5.0 mm,满足文献[18]要求。因此以边长为 0.30、0.60 mm 方孔筛筛分的玉米秸秆纤维作为可用纤维。

1.2 玉米秸秆纤维微观结构

纤维形态对纤维与沥青的黏结效果起主导作用。采用 Sigma 500 型冷场发射扫描电子显微镜观察玉米秸秆纤维的微观结构,不同放大倍数下的玉米秸秆纤维形貌如图 2 所示。

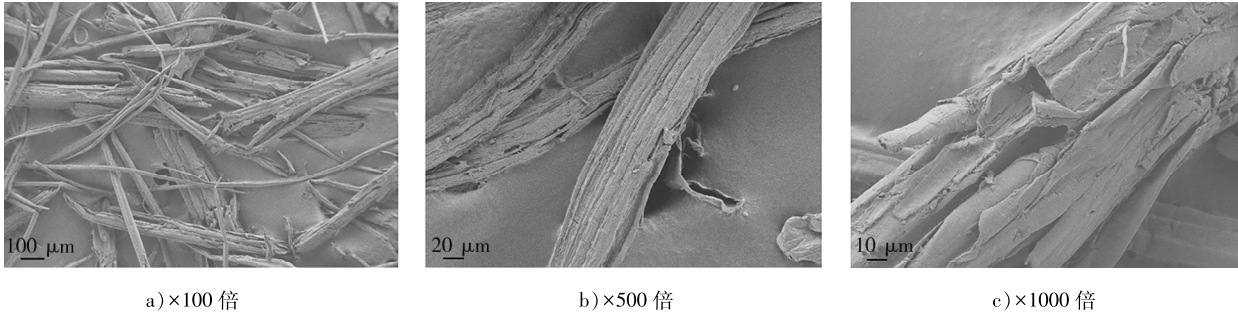


图 2 不同放大倍数下的玉米秸秆纤维微观形貌

由图 2 可知:放大 100 倍时,可观测到玉米秸秆纤维形态良好,分散状态较好,纤维基本呈直线型;放大 500 倍时,单根纤维表面存在沿纵向均匀顺直的沟壑;放大 1000 倍时,可见玉米秸秆纤维存在空腔结构,这些空腔结构是植物自身的输导组织,可被沥青填充,增强纤维与沥青的机械锁结作用。制备玉米秸秆纤维沥青胶浆时,沥青具有流动性,玉米秸秆纤维与沥青的嵌锁作用不稳定,影响玉米秸秆纤维沥青胶浆的力学性能。可进一步改善玉米秸秆纤维与沥青的界面性能,增大二者间的嵌锁力,提高秸秆纤维沥青胶浆的力学性能。

2 玉米秸秆纤维改性工艺及性能分析

为改善玉米秸秆纤维与沥青的界面性能,采用纤维表面改性的方式增强其黏附性,但界面改性须适度,对纤维的过度改性易导致纤维抗拉强度下降,影响纤维沥青胶浆的力学性能,纤维增强效果较差^[19]。选择碱性改性剂 NaOH 对纤维表面进行改性,增强纤维与沥青界面间的黏结作用,将玉米秸秆纤维在 NaOH 质量分数不同的溶液中浸润不同时间改性,确定最佳改性工艺。

2.1 玉米秸秆纤维表面改性工艺

制备质量分数为 1%、3%、5%、7%、9% 的 NaOH 溶液,将玉米秸秆纤维浸入 NaOH 溶液中,浸润时间分别为 10、15、30、45、60 min。采用吸油性和耐热性 2 个指标判断改性玉米秸秆纤维的性能,确定玉米秸秆纤维的最佳改性工艺。

2.1.1 吸油性

吸油性对纤维吸附沥青的能力有直接影响^[20-21],纤维吸油倍数越大,吸附的自由沥青越多,将自由

沥青转变为结构沥青,减少夏季泛油现象,可改善沥青路面的高温稳定性。根据文献[22]规定,热拌沥青混合料和聚合物改性沥青纤维混合料的拌和温度分别约为160、175℃,要求纤维具有一定耐热性。

根据文献[23]要求,对NaOH改性玉米秸秆纤维进行吸油性测试,计算玉米秸秆纤维吸油率

$$E_1 = (m_3 - m_2 - m_1) / m_1, \quad (1)$$

式中: m_3 为样品筛与吸油后玉米秸秆纤维的总质量, m_2 为样品筛质量, m_1 为改性玉米秸秆纤维烘干后的质量。

由式(1)计算不同改性工艺下改性玉米秸秆纤维的吸油率,结果如图3所示。

由图3可知:改性玉米秸秆纤维的吸油率因不同改性工艺而变化趋势不同。NaOH质量分数为1%、3%时,改性玉米秸秆纤维的吸油率随浸润时间增加而增大,浸润60min时吸油率最大,分别为7.05、7.41;NaOH质量分数为5%时,改性玉米秸秆纤维的吸油率随浸润时间增加先增大后减小,浸润30min时吸油率最大,为7.69;NaOH质量分数为7%、9%时,改性玉米秸秆纤维的吸油率均随浸润时间增加而减小,浸润10min时改性秸秆纤维的吸油率分别为7.47、7.26。因此,玉米秸秆纤维在NaOH质量分数为5%的溶液中浸润30min改性后吸油率最大。

2.1.2 耐热性

玉米秸秆纤维的耐热性决定其可否作为路用纤维掺入沥青混合料。设定保温温度为170℃,保温2h,计算玉米秸秆纤维的热失重率

$$E_2 = (m_1 - m_5) / m_1 \times 100\%, \quad (2)$$

式中 m_5 为经红外线鼓风干燥箱保温2h后的纤维质量。

由式(2)计算不同改性工艺下改性玉米秸秆纤维的热失重率,结果如图4所示。

由图4可知:NaOH质量分数为1%、3%时,改性玉米秸秆纤维的热失重率随浸润时间增加而逐渐减小;NaOH质量分数为5%时,改性玉米秸秆纤维的热失重率随浸润时间增加先减小后缓慢增大;NaOH质量分数为7%、9%时,改性玉米秸秆纤维的热失重率随浸润时间增加先减小后增大,但变化幅度均较小。热失重率越小,改性玉米秸秆纤维的耐热性越好。因此,玉米秸秆纤维在NaOH质量分数为5%的溶液中浸润30min时改性效果最好。

由吸油性和耐热性对玉米秸秆纤维的改性效果进行综合评价,确定玉米秸秆纤维最佳改性工艺为:在质量分数为5%的NaOH溶液中浸润30min。

2.2 玉米秸秆纤维改性前、后的微观形貌

采用扫描电子显微镜分别放大100倍、1000倍观察改性后玉米秸秆纤维微观形貌的变化,如图5所示。

由图5可知:改性后玉米秸秆纤维形态发生明显变化,放大100倍时,未改性玉米秸秆纤维较顺直,单根纤维具整体性,改性后玉米秸秆纤维变得弯曲,单根纤维呈松散态;放大1000倍时,改性后玉米秸秆纤维表面出现纵向沟壑和孔洞,纤维表面更粗糙,比表面积增大,吸油性增大,可增强纤维与沥青的嵌锁作用。玉米秸秆纤维束间主要由果胶黏结,半纤维素、果胶及纤维表面蜡质层的分子结构在NaOH溶液

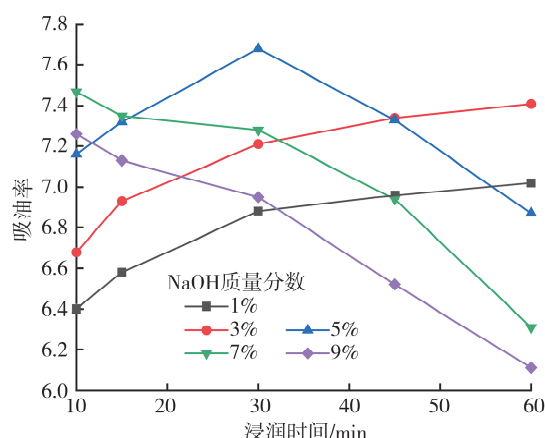


图3 不同改性工艺下改性玉米秸秆纤维的吸油率

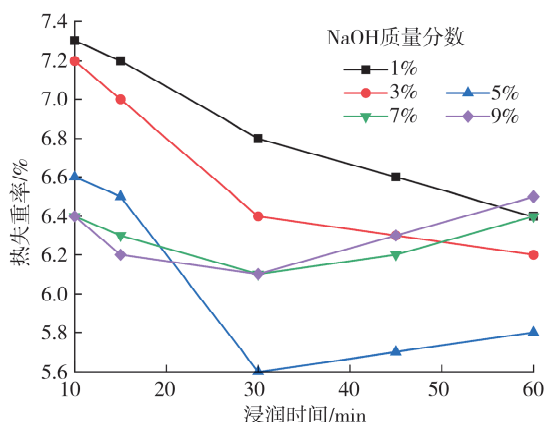


图4 不同改性工艺下玉米秸秆纤维的热失重率

中不稳定,易被溶解去除,纤维束变得松散、分离,改性后玉米秸秆单根纤维蜷曲,纤维整体成团。

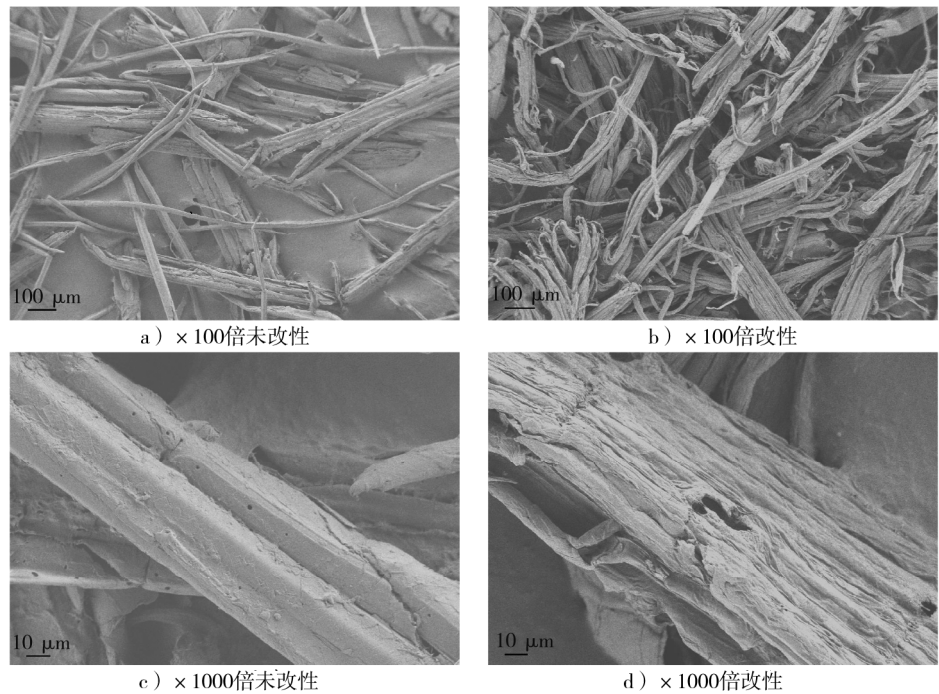


图5 不同放大倍数下改性前、后玉米秸秆纤维的微观形貌

2.3 改性玉米秸秆纤维的路用性能

为评价改性玉米秸秆纤维的路用性能,分别进行酸碱度(pH)、吸油性、耐热性、灰分含量(纤维燃烧后残留物的质量与燃烧前的质量之比)及吸持性试验,并与木质素纤维、普通玉米秸秆纤维对比,分析改性前、后(在质量分数为5%的NaOH溶液中浸润30 min)玉米秸秆纤维的性能变化,探讨改性玉米秸秆纤维代替木质素纤维的可行性。每项试验设置3组平行试验,试验结果如表3所示。

表3 改性玉米秸秆纤维路用性能试验结果

纤维类型	pH	吸油率	热失重率/%	灰分含量/%	吸持率/%
未改性玉米秸秆纤维	7.06	5.71	7.3	5.4	1232
改性玉米秸秆纤维	8.35	7.69	5.6	5.8	1354
木质素纤维	8.40	8.13	5.6	18.7	1368

由表3可知:未改性玉米秸秆纤维呈中性,改性玉米秸秆纤维与木质素纤维均呈弱碱性。沥青呈酸性,沥青中的沥青酸与沥青酸酐可与碱性界面建立化学键形成黏性界面,弱碱性的改性玉米秸秆纤维与沥青有良好的黏附性,与木质素纤维性质接近。

改性玉米秸秆纤维的吸油率比未改性玉米秸秆纤维高34.7%,吸油能力增强,主要原因是玉米秸秆纤维经NaOH改性后比表面积增大。改性玉米秸秆纤维的吸油率略低于木质素纤维,原因是改性后秸秆纤维表面粗糙度增大,但细度仍不及木质素纤维,比表面积相对较小,但可减少沥青用量,在满足沥青路面高温稳定性的要求下,降低路面施工成本。

改性后玉米秸秆纤维的热失重率明显降低,说明改性后玉米秸秆纤维的耐热性得到改善,主要原因是NaOH溶液附着在玉米秸秆纤维表面,同时去除了导致玉米秸秆纤维热稳定性不足的果胶、脂肪等成分。改性玉米秸秆纤维的热失重率与木质素纤维相近,可保证改性玉米秸秆纤维满足普通沥青混合料拌和、摊铺过程对高温稳定性的要求。

灰分含量主要表征纤维燃烧后无机盐与微量元素的含量,灰分含量显著影响纤维的抗拉强度,灰分

含量越低,纤维抗拉强度与弹性越好。未改性玉米秸秆纤维的灰分含量远低于木质素纤维,说明未改性玉米秸秆纤维的抗拉性能较好。改性玉米秸秆纤维的灰分含量比未改性玉米秸秆纤维略高,仍远低于木质素纤维,表明改性后玉米秸秆纤维的力学性能有所下降,但下降幅度不大,仍优于木质素纤维。

改性玉米秸秆纤维的吸持率比未改性玉米秸秆纤维高约 10%,主要原因是玉米秸秆纤维经 NaOH 溶液改性后纤维表面杂质被去除,纤维表面更粗糙,比表面积增大,与沥青的接触面积增大,与沥青有更好的相容性。

3 结论

研究玉米秸秆纤维的制备工艺,确定纤维长度的控制方法,并观测玉米秸秆纤维的微观结构,采用 NaOH 溶液进行纤维改性,对改性后纤维的路用性能进行试验分析。

1) 微观观测发现玉米秸秆纤维存在空腔结构,有助于吸附沥青,可增强纤维与沥青的机械锁结作用。经 NaOH 溶液改性后,玉米秸秆纤维的表面粗糙度和比表面积增大,增大了秸秆纤维与沥青间的嵌锁力。

2) 改性玉米秸秆纤维呈弱碱性,与沥青的黏附性增强,吸油性和耐热性明显提高,抗拉强度略减,与沥青的相容性比改性前高约 10%。改性后玉米秸秆纤维的路用性能得到提升,可替代木质素纤维作为沥青混合料的掺加料。

参考文献:

- [1] MEHMOOD K, CHANG S, YU S, et al. Spatial and temporal distributions of air pollutant emissions from open crop straw and biomass burnings in China from 2002 to 2016[J]. *Environmental Chemistry Letters*, 2018, 16(1): 301-309.
- [2] CHEN Zining, CHEN Zhiguo, YI Junyan, et al. Application of corn stalk fibers in SMA mixtures[J]. *Journal of Materials in Civil Engineering*, 2021, 33(7): 04021147-1-12.
- [3] 李旺明. 玉米秸秆纤维改良沥青混合料路用性能研究[J]. *西部交通科技*, 2020(12): 77-79.
- [4] 梁若翔, 孟勇军. 玉米秸秆纤维在多空隙沥青混合料中的应用[J]. *西部交通科技*, 2022(4): 7-10.
- [5] 黄小夏. 秸秆纤维改性沥青混合料的试验及应用研究[J]. *西部交通科技*, 2019(12): 22-25.
- [6] CHEN Zining, YI Junyan, CHEN Zhiguo, et al. Properties of asphalt binder modified by corn stalk fiber[J]. *Construction and Building Materials*, 2019, 212: 225-235.
- [7] 姜鹏, 孙华东, 丁永玲, 等. 沥青基碳纤维改性沥青老化性能影响因素研究[J]. *山东交通学院学报*, 2020, 28(2): 70-76.
- JIANG Peng, SUN Huadong, DING Yongling, et al. Study on influencing factors of aging property of carbon fiber modified asphalt[J]. *Journal of Shandong Jiaotong University*, 2020, 28(2): 70-76.
- [8] NARENDAR R, DASAN K P. Chemical treatments of coir pith: morphology, chemical composition, thermal and water retention behavior[J]. *Composites Part B: Engineering*, 2014, 56(2): 770-779.
- [9] ASHORI A, ORNELAS M, SHESHMANI S, et al. Influence of mild alkaline treatment on the cellulosic surfaces active sites[J]. *Carbohydrate Polymers*, 2012, 88(4): 1293-1298.
- [10] HASHIM M Y, AMIN A M, MARWAH O M F, et al. The effect of alkali treatment under various conditions on physical properties of kenaf fiber[J]. *Journal of Physics Conference Series*, 2017, 914: 012030.
- [11] BOYNARD C A, MONTEIRO S N, D'ALMEIDA J R M. Aspects of alkali treatment of sponge gourd (*Luffa cylindrica*) fibers on the flexural properties of polyester matrix composites[J]. *Journal of Applied Polymer Science*, 2010, 87(12): 1927-1932.
- [12] CHEN J H, XU J K, HUANG P L, et al. Effect of alkaline pretreatment on the preparation of regenerated lignocellulose fibers from bamboo stem[J]. *Cellulose*, 2016, 23(4): 1-13.
- [13] RACHCHH, N V, TRIVEDI D N. Mechanical characterization and vibration analysis of hybrid e-glass/bagasse fiber polyester composites[J]. *Materials Today: Proceedings*, 2018, 5(2): 7692-7700.
- [14] AHAD N A, ROSDI M, YAACOB N, et al. The effect of chemical treatments on tensile strength and absorption ability of

- epoxy/natural fibers composites[J]. IOP Conference Series: Earth and Environmental Science, 2020, 476: 012091.
- [15] 刘海燕, 廉士珍, 王秀飞, 等. 玉米秸秆不同部位纤维组成和结构的研究[J]. 粮食与饲料工业, 2017(11): 55-58.
LIU Haiyan, LIAN Shizhen, WANG Xiufei, et al. Fiber composition and structure of different fractions of corn stalk[J]. Cereal & Feed Industry, 2017(11): 55-58.
- [16] HAN G P, DENG J, ZHANG S Y, et al. Effect of steam explosion treatment on characteristics of wheat straw[J]. Industrial Crops and Products, 2010, 31(1): 28-33.
- [17] 李振霞, 陈渊召, 周建彬, 等. 玉米秸秆纤维沥青混合料路用性能及机理分析[J]. 中国公路学报, 2019, 32(2): 47-58.
LI Zhenxia, CHEN Yuanzhao, ZHOU Jianbin, et al. Analysis of road performance and fiber mechanism for corn stalk fiber asphalt mixture[J]. China Journal of Highway and Transport, 2019, 32(2): 47-58.
- [18] 交通部公路科学研究所, 交通部科技教育司. 沥青路面用木质素纤维: JT/T 533—2004[S]. 北京: 人民交通出版社, 2004.
- [19] EDEEROZEY A M, AKIL H M, AZHAR A B, et al. Chemical modification of kenaf fibers[J]. Materials Letters, 2007, 61(10): 2023-2025.
- [20] 廖欢. 棉秸秆纤维沥青混合料性能研究[J]. 中国建材科技, 2017, 26(1): 27-29.
LIAO Huan. Study on performance of cotton straw fiber asphalt mixture[J]. China Building Materials Science & Technology, 2017, 26(1): 27-29.
- [21] 俞红光, 熊锐, 陈建荣, 等. 玄武岩纤维沥青胶浆路用性能研究[J]. 公路, 2013(10): 179-183.
YU Hongguang, XIONG Rui, CHEN Jianrong, et al. Investigation on road performance of the basalt fiber modified asphalt binder[J]. Highway, 2013(10): 179-183.
- [22] 中华人民共和国交通运输部, 交通运输部公路科学研究院. 公路工程沥青及沥青混合料试验规程: JTG E20—2011[S]. 北京: 人民交通出版社, 2011.
- [23] 全国交通工程设施(公路)标准化技术委员会(SAC/TC 223). 沥青路面用纤维: JT/T 533—2020[S]. 北京: 人民交通出版社, 2020.

Preparation technology and modification method of corn stover fiber as new asphalt admixture

XU Hao¹, WANG Kun^{1*}, FAN Liran¹, WU Mingjun²

1. School of Transportation and Civil Engineering, Shandong Jiaotong University, Jinan 250357, China;

2. Jinan North Traffic Engineering Consulting and Supervision Co., Ltd., Jinan 250031, China

Abstract: In order to improve the application of modified corn straw fiber in asphalt pavement construction, the corn straw fiber is prepared by mechanical shearing wet method and modified by NaOH solution. The road performance of modified corn straw fiber is analyzed by tests of pH, oil absorption, heat resistance, ash content and absorption. The results show that the optimum modification process of corn straw fiber is soaked in 5% NaOH solution for 30 min. The modified corn straw fiber is weakly alkaline, the adhesion with asphalt is enhanced, the oil absorption and heat resistance are significantly improved, the tensile strength is slightly reduced, and the compatibility with asphalt is increased by about 10%. The road performance of modified corn straw fiber is improved, which is similar to lignin fiber, and can replace lignin fiber as the admixture of asphalt mixture, and reduce the engineering cost.

Keywords: corn straw fiber; preparation technology; modifying method; road performance; asphalt mixture

(责任编辑:王惠)