

速生草植物纤维及其沥青胶浆的热性能研究

夏超明¹, 蒋康², 吴超凡³, 刘克非^{1*}

(1.中南林业科技大学 南方绿色道路研究所,湖南 长沙 410004;2.湖南省交通科学研究院有限公司,湖南 长沙 410015;
3.湖南省建筑固废资源化利用工程技术研究中心,湖南 长沙 410205)

摘要:为探究速生草植物纤维及其沥青胶浆的热性能,采用物理性能试验、热失重试验和差示扫描量热试验测试并比较竹纤维、芦苇纤维及其沥青胶浆的物理性能和热性能,并与木质素纤维及其沥青胶浆进行对比。结果表明:植物纤维的加入可有效提高沥青的高温性能,但对沥青的低温性能有轻微的抑制作用;各路用植物纤维在不同温度范围内的质量损失规律一致;3种植物纤维中,木质素纤维的热稳定性最优,竹纤维次之,芦苇纤维最差;植物纤维可有效改善沥青胶浆的热熔融性,在提高沥青胶浆热稳定性的同时降低温度敏感性;竹纤维沥青胶浆具有最优的低温抗裂性和温度敏感性,速生草植物纤维的低温稳定性优于木质素纤维。

关键词:道路工程;速生草纤维;沥青胶浆;热性能;温度敏感性

中图分类号:U414

文献标志码:A

0 引言

沥青是一种黏弹性材料,其强度和性能随温度的变化而改变,进而改变路面结构的实际使用性能。运输车辆的大型化和超载现象对沥青路面的热性能提出了更高的要求。已有研究表明纤维的加入对沥青混合料的热性能有增强作用^[1-2]。木质素纤维因具有良好的化学稳定性、价格低廉等优势被广泛应用于道路工程。但是,大部分木质素纤维取自原木,其大规模使用不利于保护森林资源,因此亟待寻找绿色环保的植物纤维将其替代。

速生草植物,如秸秆、芦苇、毛竹等,是环保且可循环再生的自然资源。中国每年秸秆等速生草植物的产量可达8亿t以上,但这些资源的利用率极低,大部分仍被用于焚烧,而日本的秸秆回收利用率已高达90%^[3]。速生草植物含丰富的碳水化合物,焚烧处理不仅产生CO₂造成严重的环境污染,更是对自然资源的极大浪费。采用速生草制备植物纤维应用于道路工程是解决速生草资源浪费的有效途径。相较传

统的木质素纤维,速生草纤维的广泛应用可有效降低路用纤维对森林资源的消耗,有利于拓宽现行规范取材范围,是缓解杉木、杨木等木材资源短缺的重要途径。

国内外众多学者对沥青的热性能开展了大量研究。Wu等^[4]通过差示扫描量热分析(DSC)和热重分析(TG)对紫外线老化后沥青黏结剂的热性能进行评价,结果表明紫外光老化会改善沥青的热性能并提高其玻璃化转变温度;Zhang等^[5]通过热分析和动态黏度测试,发现热氧老化对SBS改性沥青和SBS/硫改性沥青的性能与结构影响相似;孙永生^[6]采用DSC测试研究了硅藻土复合木质纤维对沥青热性能的影响,发现硅藻土复合木质纤维降低了沥青的玻璃态转化点 T_g ,且 T_g 随着纤维掺量的增加呈先降低后升高的趋势;秦先涛等^[7]采用TG-DSC分析了矿物纤维复合阻燃材料改性沥青胶浆的热重行为;张银宣^[8]采用DSC和TG对基质沥青和泡沫沥青的热性能进行了研究,发现相同粉胶比条件下,泡沫沥青的热稳定性优于基质沥青胶浆的热稳定性;不同粉胶比条件下,两种沥青的吸热峰面积均先减小后增大;

收稿日期:2022-06-03(修改稿)

基金项目:湖南省重点领域研发计划项目(编号:2019GK2244);湖南省教育厅科学研究项目(编号:18A176);湖南省交通运输厅科技进步与创新计划项目(编号:201731);长沙市科技计划项目(编号:kq1801081)

作者简介:夏超明,男,硕士研究生.E-mail:1650592775@qq.com

通信作者:刘克非,女,博士(后),教授,博士生导师.E-mail:liukefei92013@163.com

辛炜^[9]测试了氢氧化铝和矿物纤维掺量均为 20% 的阻燃沥青燃烧的 TG 和 DSC 曲线,发现燃烧前期热失重主要是因为氢氧化铝的结晶水受热分解阻燃,后期则主要因为矿物纤维中的有效成分分解吸热抑制了沥青的燃烧。由此可知,已有文献研究了沥青及其沥青胶浆的性质与温度变化的关系,但对路用植物纤维,尤其对速生草纤维及其沥青胶浆热性能还缺乏研究。

为分析速生草纤维及其沥青胶浆的热性能,本文首先测试竹纤维、芦苇纤维及其沥青胶浆的物理性能,然后通过速生草纤维的 TG 测试与纤维沥青胶浆的 TG 及 DSC 测试,研究速生草植物纤维及

其沥青胶浆的热性能,并与沥青路面工程中广泛使用的木质素纤维及其沥青胶浆进行对比,研究成果可为速生草纤维在沥青路面中的实际应用奠定基础。

1 试验材料与方法

1.1 试验材料

1.1.1 沥青

研究采用 SBS 改性沥青,其技术指标见表 1。沥青各指标均满足《公路沥青路面施工技术规范》(JTGF40—2004)的技术要求。

表 1 SBS 改性沥青技术指标

项目	软化点/ ℃	针入度(25℃)/ (0.1 mm)	延度(5℃)/ cm	相对 密度	TFOT 后(163℃,5 h)		
					质量变化/%	针入度比/%	残留延度(5℃)/cm
测试结果	81.1	48.2	37.1	1.030	-0.01	79.0	24
技术要求	≥60	40~60	≥20	实测	≤1.0	≥65	≥15

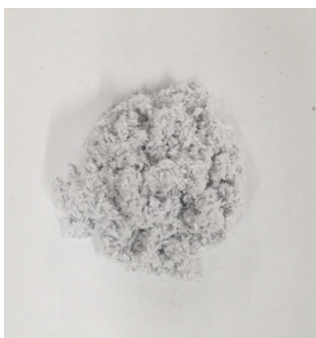
1.1.2 纤维

研究采用的木质素纤维、竹纤维和芦苇纤维是

由天然植物原材料经物理处理后,遗留下的惰性有机纤维制得的絮状纤维。各纤维外观见图 1。



(a) 木质素纤维



(b) 竹纤维



(c) 芦苇纤维

图 1 纤维外观图

各植物纤维的物理性能见表 2。纤维各指标均满足《沥青路面用木质素纤维》(JT/T 533—2004)的技术要求。

表 2 路用植物纤维的物理性能

纤维种类	平均长度/mm	灰分/%	pH 值	含水率/%	相对密度 (25℃)
木质素纤维	5.8	13.2	7.2	4.8	0.897
竹纤维	5.5	15.0	7.3	4.3	0.943
芦苇纤维	5.7	14.1	7.2	4.6	0.921
技术要求	≤6	18±5	7.5±1.0	≤5	实测

1.1.3 纤维沥青胶浆的制备

各植物纤维沥青胶浆的制备工艺为^[10]:① 拟定各植物纤维在纤维沥青胶浆中的质量比均为 1%;② 将原样 SBS 沥青加热至 160℃后,逐步掺入纤维并采用高速剪切搅拌机搅拌。搅拌机转速为 550 r/min,搅拌时间 15 min,至纤维在沥青中分散均匀且沥青胶浆中没有气泡产生为止。

1.2 试验方法

1.2.1 物理性能测试

将制得的纤维沥青胶浆依据《公路工程沥青及沥青混合料试验规程》(JTGE20—2011)测试针入

度、软化点、延度等指标。

1.2.2 热失重分析(TG)

采用TG试验分析路用植物纤维及其沥青胶浆的热稳定性。TG设备型号为TGA5500,测试条件如下: N_2 (20 mL/min)为氛围气体,升温速率为 $5\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$,测试温度为 $20\sim 790\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

1.2.3 差示扫描量热分析(DSC)

采用DSC试验分析纤维沥青胶浆的焓变、玻璃化转变温度(T_g)和熔融温度以反映材料的热性能。DSC设备型号为NETZSCH DSC 404 F1 Pegasus,试验条件如下: N_2 (20 mL/min)为氛围气体,升温速率为 $5\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$,测试温度为 $-40\sim 100\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

2 结果与讨论

2.1 纤维沥青胶浆的物理性能

各纤维沥青胶浆物理性能测试结果见表3。

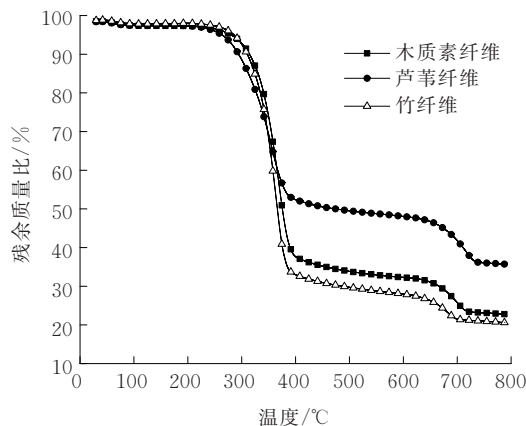
表3 各纤维沥青胶浆物理性能测试结果

沥青胶浆	软化点/ $^{\circ}\text{C}$	针入度($25\text{ }^{\circ}\text{C}$)/ (0.1 mm)	延度 ($5\text{ }^{\circ}\text{C}$)/cm	相对密度
无纤维	81.1	48.2	37.1	1.030
木质素纤维	87.3	44.3	33.4	1.021
竹纤维	86.6	46.7	35.9	1.024
芦苇纤维	86.9	45.1	35.6	1.023

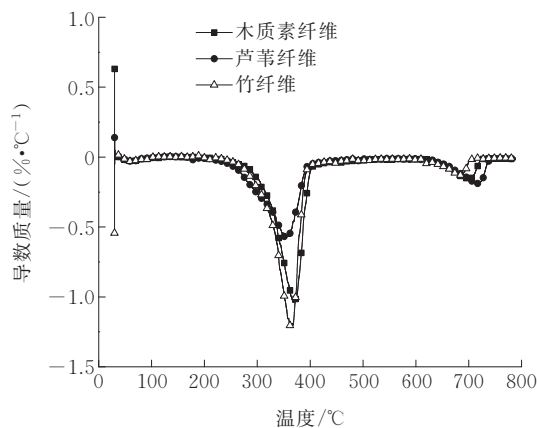
由表3可知:无纤维沥青胶浆的软化点分别比木质素纤维沥青胶浆、竹纤维沥青胶浆和芦苇纤维沥青胶浆低 $6.2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、 $5.5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 和 $5.8\text{ }^{\circ}\text{C}$,表明纤维的加入可有效提升沥青的高温稳定性,木质素纤维的提升能力最强,芦苇纤维次之、竹纤维最弱;对于针入度,木质素纤维沥青胶浆、竹纤维沥青胶浆和芦苇纤维沥青胶浆分别比无纤维沥青胶浆降低了 8.1% 、 3.1% 和 6.4% ,表明纤维的加入提高了沥青的稠度,进而提高了高温抗变形能力;无纤维沥青胶浆的延度分别比木质素纤维沥青胶浆、竹纤维沥青胶浆和芦苇纤维沥青胶浆高 3.7 cm 、 1.2 cm 和 1.5 cm ,说明纤维的加入不能改善沥青胶浆的低温抗裂性能,反而略有降低。

2.2 路用植物纤维TG测试结果

路用植物纤维的TG测试结果如图2及表4所示。



(a) TG 曲线



(b) DTG 曲线

图2 各路用纤维的TG测试结果

表4 路用植物纤维热解过程中的质量损失率及峰值温度

纤维种类	各阶段质量损失/%				热解峰值 温度/ $^{\circ}\text{C}$
	第1阶段	第2阶段	第3阶段	总损失	
木质素纤维	1.131	64.336	10.234	75.701	369.69
竹纤维	0.938	69.058	8.255	78.251	363.54
芦苇纤维	0.952	48.811	12.926	62.689	354.78

由图2可知:3种植物纤维的热解过程均可分为3个阶段:① $20\sim 120\text{ }^{\circ}\text{C}$ 范围内,纤维出现质量损失,引起这一现象的原因是植物纤维中所含水分析出蒸发导致质量减少;② $120\sim 250\text{ }^{\circ}\text{C}$ 范围内,3种植物纤维的质量进入微失重阶段,此时质量损失较小。 $250\sim 550\text{ }^{\circ}\text{C}$ 范围内,植物纤维内部的半纤维素、纤维素及部分木质素分解生成挥发性气体,导致质量急剧下降,此时DTG曲线出现最高的失重峰^[11];③ $550\sim 700\text{ }^{\circ}\text{C}$ 范围内,植物纤维剩余的木质素分解,DTG曲线出现第二个失重峰。在 $700\sim 790\text{ }^{\circ}\text{C}$ 范围内,纤维进入碳化阶段,该过程质量逐渐趋于平缓。

由表4可知:①在第1阶段,竹纤维的质量损失率分别比芦苇纤维、木质素纤维低0.014%、0.193%。由于此阶段的质量损失主要因水分的析出蒸发,3种纤维的含水率排序为竹纤维<芦苇纤维<木质素纤维,这与植物纤维的物理性能测试结果相一致;②在第2阶段,竹纤维的质量损失率分别比芦苇纤维、木质素纤维高20.247%、4.722%,芦苇纤维的质量损失率最低;③在第3阶段,竹纤维、芦苇纤维和木质素纤维的质量损失率分别为8.255%、12.926%和10.234%。对于质量总损失率,木质素纤维较芦苇纤维高20.756%,较竹纤维低3.259%。

此外,热解过程中试样的分解峰值温度越高,试样的热稳定性越好^[12]。相比之下,木质素纤维的热解峰值温度较竹纤维和芦苇纤维分别高6.15℃和14.91℃。由此可知,3种纤维的热稳定性排序为芦苇纤维<竹纤维<木质素纤维。

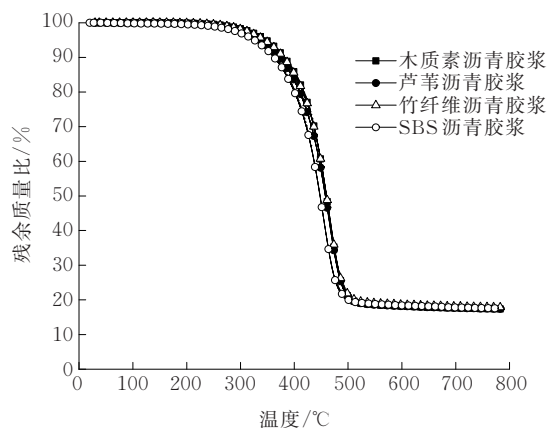
2.3 纤维沥青胶浆 TG 测试结果

各纤维沥青胶浆 TG 测试结果见表5、图3。

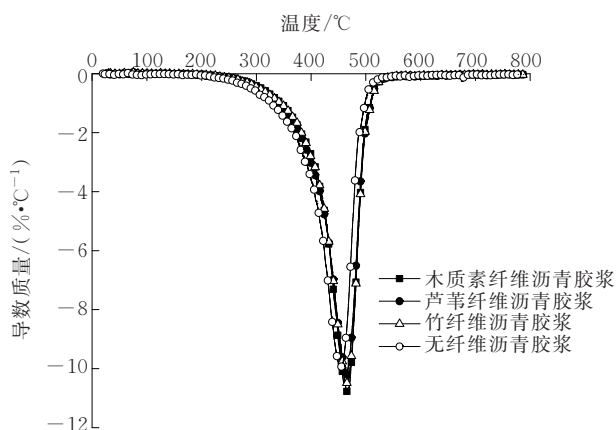
表5 各纤维沥青胶浆 TG 测试特征数据

沥青胶浆	TG 质量损失率/%	DTG 峰值温度/℃
无纤维	83.457	456.11
木质素纤维	81.664	465.56
芦苇纤维	82.617	465.54
竹纤维	82.195	467.37

由图3(a)与表5可知:①20~200℃范围内,4种纤维沥青胶浆的质量变化极小。说明沥青胶浆中起始分解温度较低的饱和分与芳香分的含量均较少,而胶质与沥青质(在该温度段基本不发生分解)含量较多,后者可使沥青胶浆在常规工作温度(150~180℃)下具有更好的稳定性;②200~500℃范围内,4种沥青胶浆的质量均发生了剧烈变化,这是由于沥青质中的多苯环等化合物在该温度段发生分解导致质量损失率变化显著^[13];③500~790℃范围内,各纤维沥青胶浆的质量损失率均逐渐趋于平缓。整个TG测试过程中3种添加了植物纤维的沥青胶浆TG曲线形状差异较小,质量损失率差距也很细微(最大差距为0.953%)。表明路用植物纤维的加入可提高沥青胶浆的热稳定性,3种植物纤维的提升幅度没有显著差异。



(a) TG 曲线



(b) DTG 曲线

图3 各纤维沥青胶浆 TG 测试结果

由图3(b)与表5可知:①4种纤维沥青胶浆的质量损失峰值均处于450~470℃之间,说明在该温度区间内沥青胶浆中沸点较高、多苯环等结构复杂的化合物发生挥发或热解^[13];②对比DTG峰值温度值可知,各沥青胶浆排序为无纤维(456.11℃)<芦苇纤维(465.54℃)<木质素纤维(465.56℃)<竹纤维(467.37℃)。3种添加了植物纤维的沥青胶浆DTG曲线变化趋势基本相同,无显著区别,DTG峰值温度的最大差值仅为1.77℃,而3种植物纤维沥青胶浆的DTG峰值温度分别比无纤维沥青胶浆提高了11.26℃(竹纤维)、9.45℃(木质素纤维)和9.43℃(芦苇纤维);③各纤维沥青胶浆DTG曲线的峰强度排序为:木质素纤维<竹纤维<芦苇纤维<无纤维,说明对于植物纤维在沥青中形成的网状结构对沥青胶浆的热稳定性改善效果而言,木质素纤维最好,竹纤维次之,芦苇纤维最差。

实际上,纤维通过吸附作用将游离的自由沥青

转变为热稳定性更强的结构沥青,裹覆沥青的纤维相互搭接形成三维立体网络可提高沥青胶浆的热稳定性^[14]。因此,3种植物纤维沥青胶浆的热稳定性排序为:芦苇纤维沥青胶浆<竹纤维沥青胶浆<木质素纤维沥青胶浆。

2.4 纤维沥青胶浆 DSC 测试结果分析

DSC 曲线可反映沥青胶浆热性能与温度的变化关系。以无纤维沥青胶浆 DSC 测试结果为例(图 4),其 DSC 曲线存在一个低温吸热峰(−17.33~−7.63 °C,峰值温度为 −11.49 °C)和一个高温吸热峰(20.88~29.38 °C,峰值温度为 25.62 °C)。将 4 种纤维沥青胶浆的 DSC 曲线汇总如图 5 所示,DSC 测试的吸热峰特征值数据结果见表 6。

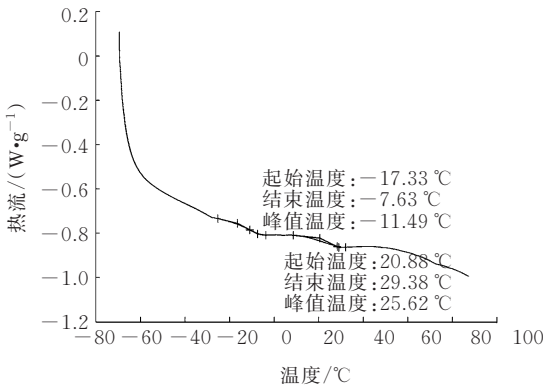


图 4 无纤维沥青胶浆 DSC 曲线

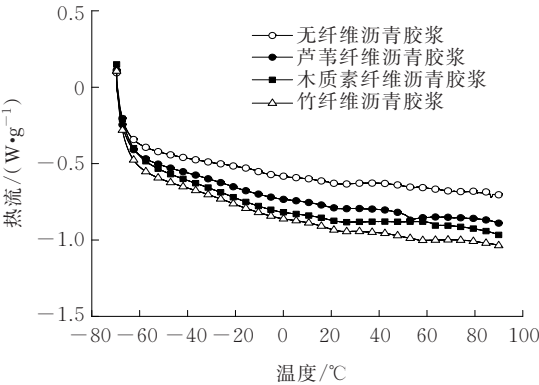


图 5 各纤维沥青胶浆 DSC 曲线

由图 5 和表 6 可知:纤维沥青胶浆低温吸热峰的熔融起始温度为玻璃化转变温度 T_g (沥青胶浆玻璃态区与黏弹态区的分界温度)。 T_g 温度越低,沥青胶浆的低温柔性越强,沥青胶浆处于高弹态的温度范围更大,且在低温环境下具有更好的黏弹性^[15]。

4 种纤维沥青胶浆的 T_g 值分别为 −17.33 °C(无纤维)、−12.53 °C(木质素纤维)、−13.8 °C(芦苇纤维)和 −15.21 °C(竹纤维),说明 3 种植物纤维对沥青胶浆的低温性能有一定的负面影响,这是由于纤维在沥青胶浆中形成的网状结构对沥青的束缚会提高其 T_g 值^[6]。此外,竹纤维沥青胶浆的低温柔性和弹性优于木质素纤维和芦苇纤维,表明其低温抗裂性能最优。

表 6 各纤维沥青胶浆 DSC 特征数据

测试参数	无纤维沥青胶浆		木质素纤维沥青胶浆		芦苇纤维沥青胶浆		竹纤维沥青胶浆	
	低温	高温	低温	高温	低温	高温	低温	高温
	吸热峰	吸热峰	吸热峰	吸热峰	吸热峰	吸热峰	吸热峰	吸热峰
起始温度	−17.33	20.88	−12.53	32.63	−13.80	28.18	−15.21	29.32
峰值温度	−11.49	25.62	−10.47	37.15	−9.61	34.38	−10.56	36.47
结束温度	−8.63	29.38	−7.22	44.29	−6.32	39.42	−7.85	44.26

另外,当沥青胶浆处于玻璃态和黏弹态两种不同状态时,其内部分子间的作用力差别很大,导致其物理力学性质截然不同^[16]。沥青胶浆分子聚集态的变化反映在 DSC 曲线上表现为吸热峰的位置及范围^[17]。由表 6 可知:无纤维、木质素纤维、芦苇纤维和竹纤维沥青胶浆的低温吸热峰范围(即起始温度与结束温度之差)分别为 8.70 °C、5.31 °C、7.48 °C 和 7.36 °C,表明 SBS 改性沥青在较宽的低温范围内具有良好的柔性与塑性,即低温稳定性最好。芦苇纤维和竹纤维沥青胶浆的低温稳定性明显优于木质素

纤维沥青胶浆。

沥青胶浆 DSC 曲线的高温吸热峰范围可表征其温度敏感性^[17]。通常情况下,沥青胶浆的高温吸热峰覆盖域越宽,其温度敏感性越低。无纤维、木质素纤维、芦苇纤维和竹纤维沥青胶浆的高温吸热峰范围分别为 8.50 °C、11.66 °C、11.24 °C 和 14.94 °C,说明植物纤维的加入可有效降低沥青胶浆的温度敏感性。这是因为沥青分子与纤维表面产生的吸附和浸润作用使沥青呈单分子状排列,在纤维表面形成了结合力牢固的“结构沥青”界面层^[18]。“结构沥青”比

其界面层外部的“自由沥青”黏性大,温度敏感性低,耐热性能好^[19-20]。因此,纤维沥青胶浆具有比无纤维沥青胶浆更好的黏弹性,且竹纤维沥青胶浆的温度敏感性低于芦苇纤维和木质素纤维沥青胶浆。

3 结 论

(1) 植物纤维的加入可有效提高沥青的高温稳定性和抗变形能力,提升的效果为竹纤维最优,木质素纤维次之,芦苇纤维最差。纤维对沥青低温性能有轻微的抑制作用,抑制的幅度为竹纤维最轻,芦苇纤维次之,木质素纤维最大。

(2) 各路用植物纤维在不同温度范围内的质量损失规律一致。木质素纤维的热稳定性最优,竹纤维次之,芦苇纤维最差。

(3) 植物纤维可有效提高沥青分子间的交联程度而形成网络结构,在改善其热熔融性的同时提高其热稳定性。同时,植物纤维可有效降低沥青胶浆的温度敏感性。竹纤维沥青胶浆的低温柔性与弹性优于木质素纤维和芦苇纤维,即其低温抗裂性能最优。芦苇纤维和竹纤维沥青胶浆的低温稳定性明显优于木质素纤维,且竹纤维沥青胶浆的温度敏感性低于芦苇纤维和木质素纤维。

参考文献:

- [1] 王宁.玄武岩纤维及其改性沥青的性能研究[D].武汉:中国地质大学,2013.
- [2] 冯双雪,李华超.聚丙烯纤维增强沥青胶浆的流变性能试验研究[J].西南师范大学学报(自然科学版),2018,43(9):86-89.
- [3] 窦乐.看国外如何处理秸秆[J].农家参谋,2013(1):41.
- [4] WU S P, ZHU G J, LIU G, et al. Laboratory research on thermal behavior and characterization of the ultraviolet aged asphalt binder[J]. Journal of Thermal Analysis and Calorimetry, 2009, 95(2):595-599.
- [5] ZHANG F, YU J, HAN J. Effects of thermal oxidative ageing on dynamic viscosity, TG/DTG, DTA and FTIR of SBS and SBS/sulfur-modified asphalts[J]. Construction and Building Materials, 2011, 25(1):129-137.
- [6] 孙永升.硅藻土复合木质纤维对沥青的增强机理研究[D].沈阳:东北大学,2011.
- [7] 秦先涛,陈拴发,祝斯月,等.沥青路面矿物纤维复合阻燃材料及其热重行为研究[J].公路交通科技,2013,30(12):7-14.
- [8] 张银宣.泡沫沥青胶浆的流变特性、微观结构及热特性研究[D].大连:大连海事大学,2018.
- [9] 辛炜.氢氧化铝/矿物纤维复合阻燃沥青的制备及热重行为研究[J].硅酸盐通报,2019,38(6):1972-1976.
- [10] 刘开平,李佳容,李祖仲,等.棉秸秆纤维改性沥青胶浆试验研究[J].应用化工,2017,46(1):132-135,140.
- [11] 徐亚林,张辉,张志祥.复合式防水黏结应力吸收层性能试验研究[J].中外公路,2020,40(2):216-219.
- [12] 王新然,辛颖.红松热解特性及动力学实验研究[J].消防科学与技术,2019,38(7):928-932.
- [13] 吴超凡,曾梦澜,刘克非,等.沥青结合料的热性能研究[J].公路工程,2014,39(6):133-137.
- [14] 马峰,李永波,傅珍,等.复合纤维沥青混合料路用性能研究[J].河南理工大学学报(自然科学版),2020,39(1):157-163.
- [15] 黄优,刘朝晖,李盛.沥青材料的玻璃态转变温度求解及低温性能分析[J].材料导报,2016,30(16):141-144,149.
- [16] 郭猛.沥青胶浆的界面行为与机理分析[D].哈尔滨:哈尔滨工业大学,2012.
- [17] 徐良,熊雯华.沥青DSC吸热峰特征值与感温性指标相关性分析[J].公路交通技术,2014,30(1):34-36.
- [18] 展宏图,柳力.玄武岩纤维/橡胶复合改性沥青胶浆路用性能研究[J].中外公路,2020,40(1):253-257.
- [19] 王睿姝.聚酯纤维对沥青混合料抗车辙性能的改善作用[J].建筑工程技术与设计,2014(23):339.
- [20] 周志刚,蔡扬发,谭军.聚酯纤维对橡胶改性沥青混凝土性能的影响[J].长沙理工大学学报(自然科学版),2021,18(2):1-8.