

Разработка ПНСТ на метод оценки
распределения полимера в битумном
вяжущем при помощи флуоресцентной
микроскопии

Зам. Руководителя лаборатории битумных
материалов

Харпаев Андрей Валерьевич



Флуоресцентная микроскопия

Лаборатория АНО «НИИ ТСК»
Комплекс анализа битумно-полимерных смесей на базе
микроскопа БиОптик С-400



**НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ
ТРАНСПОРТНО-СТРОИТЕЛЬНОГО КОМПЛЕКСА**

www.niitsk.ru



флуоресценция

С давних времен люди замечали, что некоторые вещества обладают особым свойством излучать свечение в течение того времени, пока они подвергаются освещению внешним источником света

- Это явление было впервые описано и изучено английским физиком Джоржем Стоксом в 1852 г – он же дал ему название в честь минерала Дербиширского плавикового шпата (флюорита) в котором он наблюдал флуоресценцию



Правило Стокса-Ломмеля

Длина волны флуоресценции больше, чем длина волны возбуждающего света



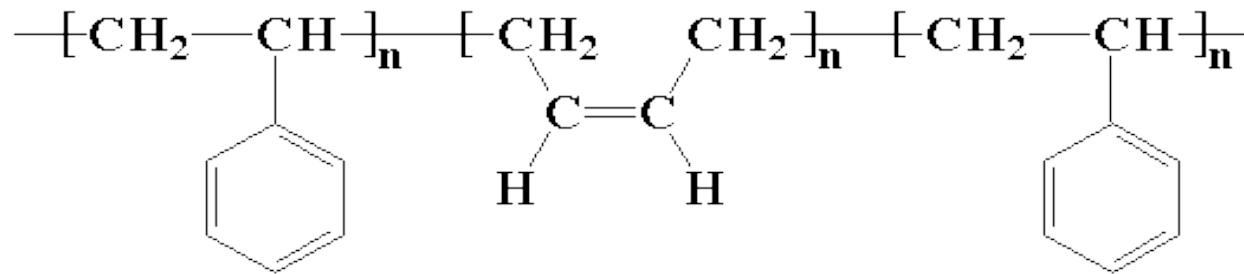
Когда система (молекула или атом) поглощает энергию, она переходит в возбужденное состояние. Существует несколько возможностей для её возврата в основное состояние. Одним из них является излучение. Вследствие разных причин часть поглощенной энергии теряется в безызлучательных процессах. В результате этого испущенный фотон имеет меньшую энергию, и, следовательно, большую длину волны, чем поглощенный.

Флуоресценция полимеров

- По способности поглощать возбуждающее облучение полимеры условно разделить на две группы: содержащие в структуре хромофорные группы с **π -электронами** (например ароматические ядра, карбонильные группы и тп.) и полимеры, в которых атомы связаны только простыми σ -связями.

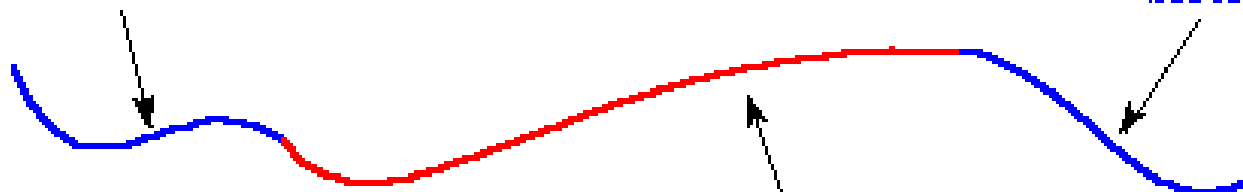
Полимеры с хромотофорными группами (способны самостоятельно флуоресцировать в длинноволновом диапазоне)	Полимеры без хромотофорных групп (неспособны к самостоятельной флуоресценции)
Полистирол Полибутадиен СБС Дифенилполиен Ароматические полимеры И др.	Полипропилен Полиэтилен Виниловые полимеры Политетрафторэтилен И др.

Стирол-бутадиен-стирол (СБС)



polystyrene
block

polystyrene
block



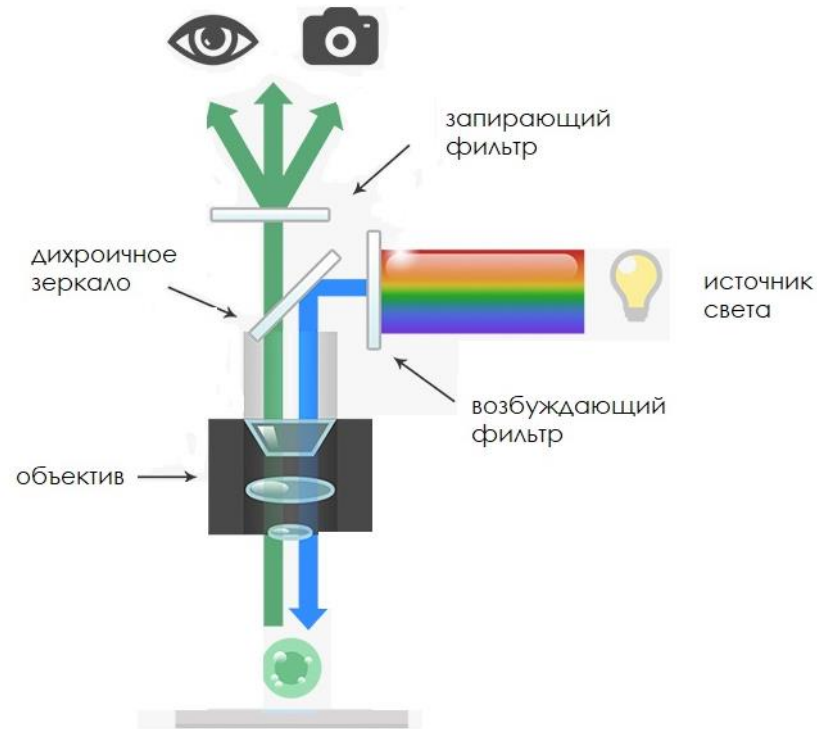
polybutadiene block

НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ
ТРАНСПОРТНО-СТРОИТЕЛЬНОГО КОМПЛЕКСА

www.niitsk.ru



Устройство Флуоресцентного микроскопа

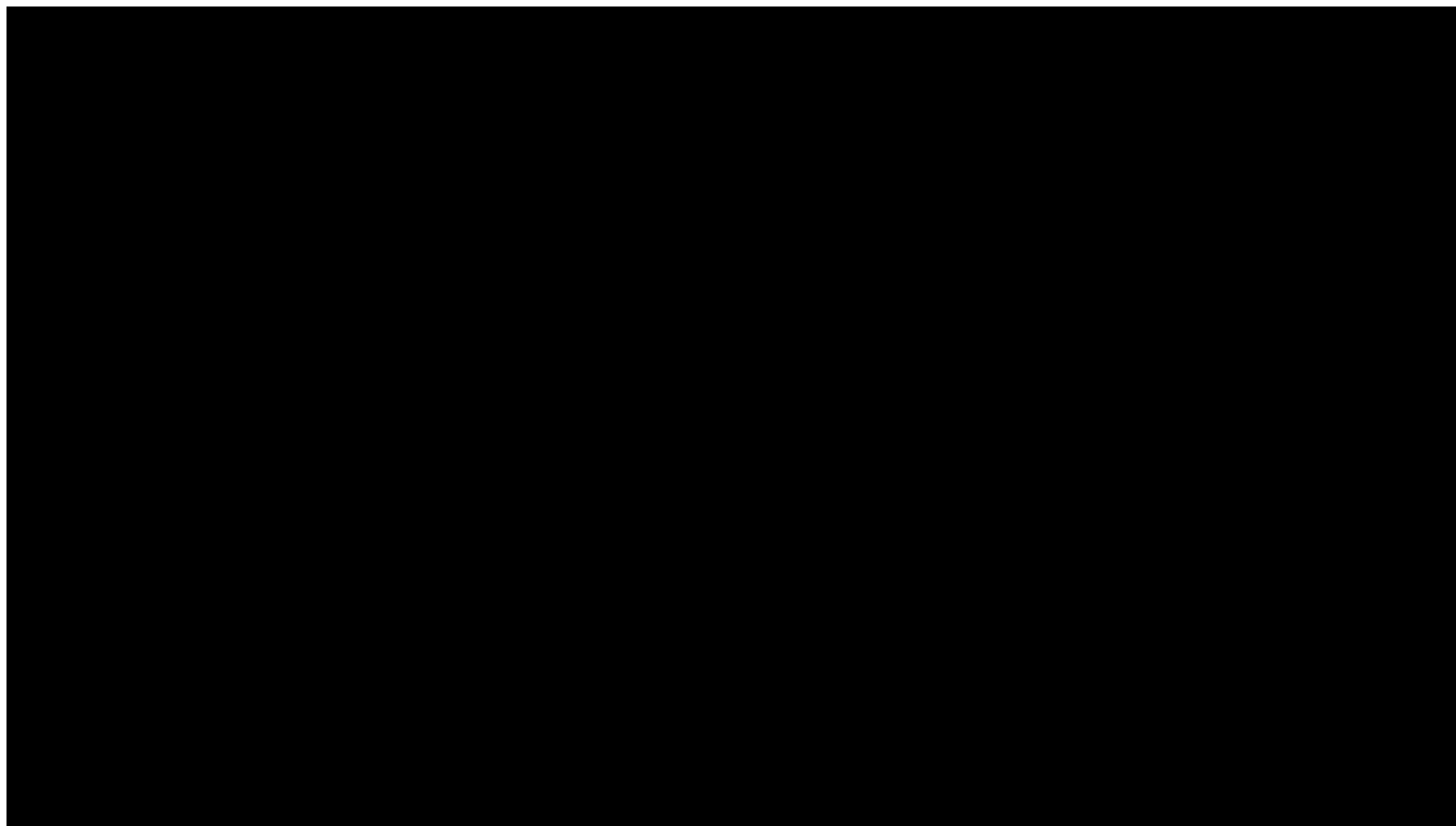


**НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ
ТРАНСПОРТНО-СТРОИТЕЛЬНОГО КОМПЛЕКСА**

www.niitsk.ru



Устройство Флуоресцентного микроскопа

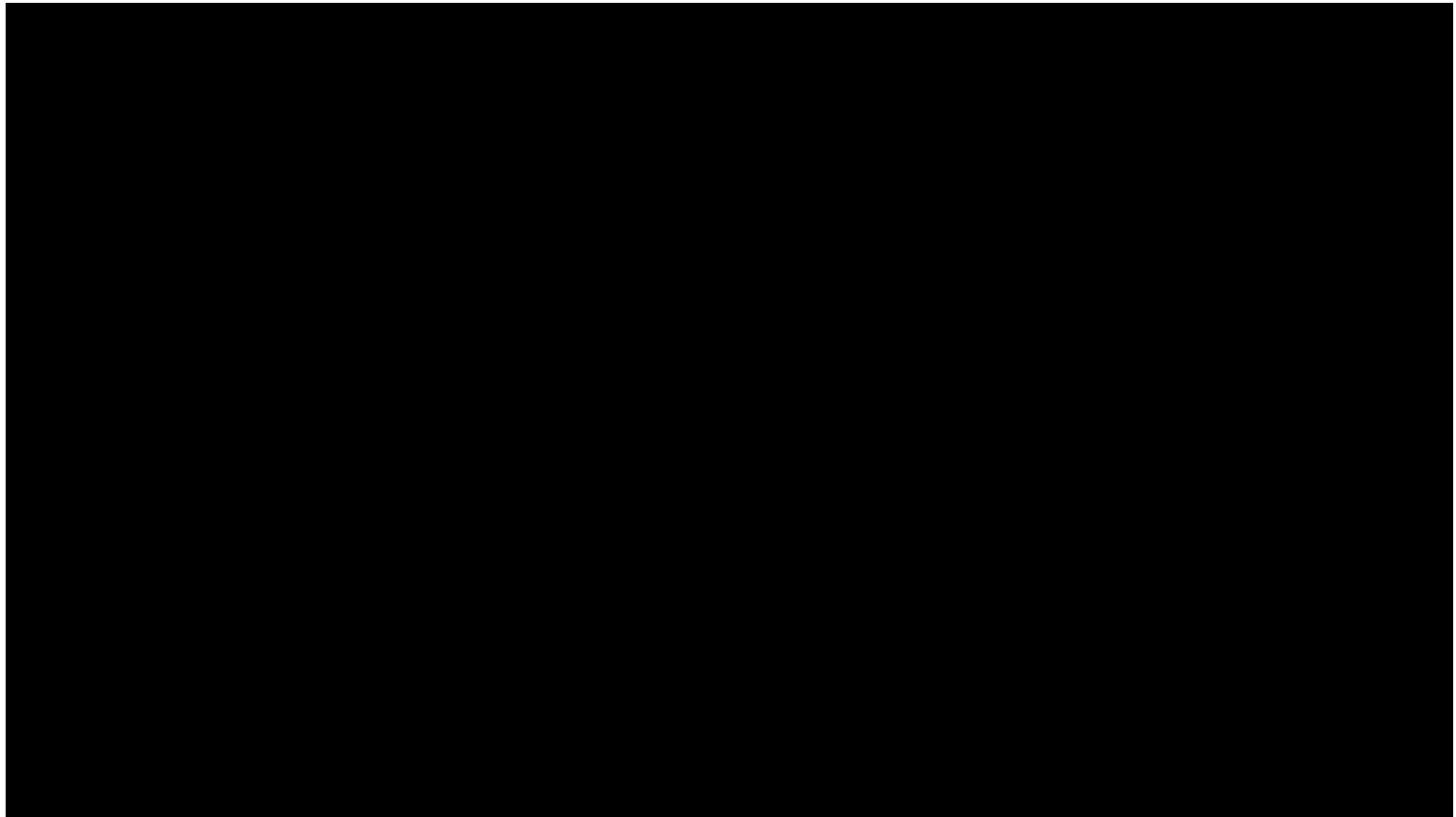


**НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ
ТРАНСПОРТНО-СТРОИТЕЛЬНОГО КОМПЛЕКСА**

www.niitsk.ru



Оптический и флуоресцентный микроскоп



**НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ
ТРАНСПОРТНО-СТРОИТЕЛЬНОГО КОМПЛЕКСА**

www.niitsk.ru



особенности флуоресцентного микроскопа

- Специализированные объективы. Объективы скорректированы для работы с флуоресценцией. Имеют маркировку «FLUAR» или «FLUOR»
- Цифровые камеры для флуоресценции должны быть оснащены **охлаждающим элементом Пельтье.**



Подготовка образцов

Важно!

В любом измерении или исследовании достоверность получаемых результатов напрямую зависит от подготовки образцов

**НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ
ТРАНСПОРТНО-СТРОИТЕЛЬНОГО КОМПЛЕКСА**

www.niitsk.ru



Подготовка образцов

основное оборудование:

- Выпарительная чашка объемом приibl. 600 мл.
- Емкость из алюминиевой фольги диам. приibl. 70мм, высот. приibl. 35мм.
- Морозильник либо сосуд Дьюара с твердым диоксидом углерода
- Острый инструмент для скалывания образцов

Подготовка образцов



Чашка выпарительная



Емкость
из алюминиевой
фольги



Песчаная баня с емкостью

**НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ
ТРАНСПОРТНО-СТРОИТЕЛЬНОГО КОМПЛЕКСА**

www.niitsk.ru

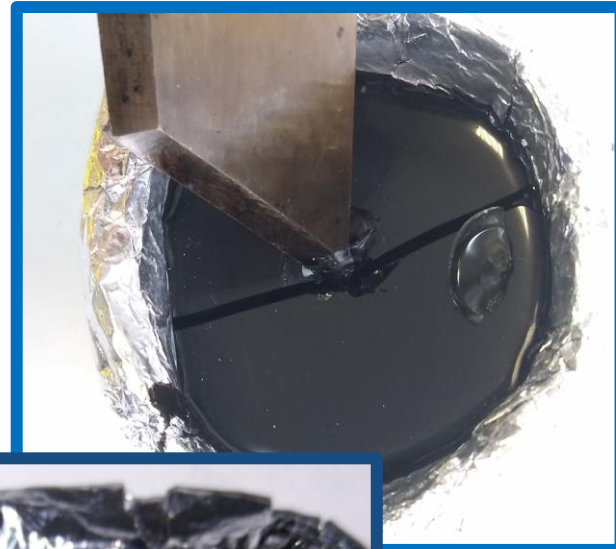


Подготовка образцов

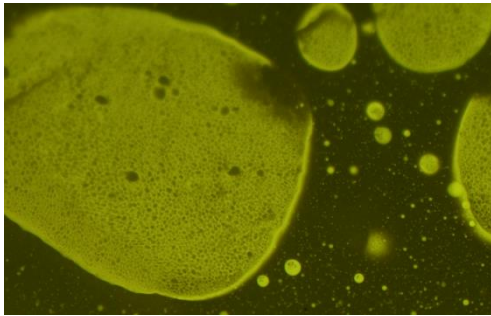
- Разогрев пробы при $t \sim t(KuШ) + 100^{\circ}C$. (Но не более $200^{\circ}C$)
- Перемешивание при этой температуре от 1 до 5 минут
- Заливка в форму из фольги, расположенную в песчаной бане
- Понижение температуры до комнатной
- Охлаждение ниже минус 20 (не менее 3 часов)

Подготовка образцов

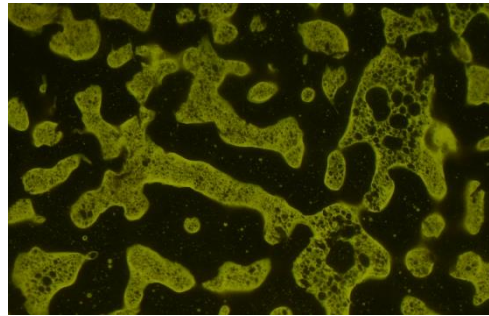
- Откалывают или срезают маленькие кусочки материала
- Размещают образец на предметном стекле
- Устанавливают покровное стекло



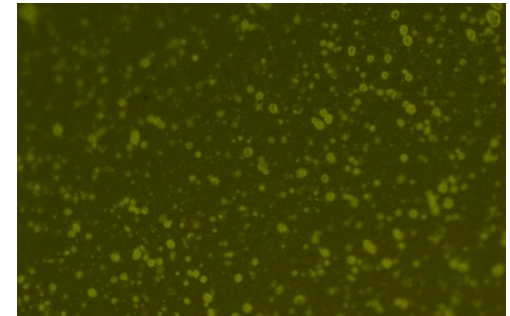
Результаты исследования



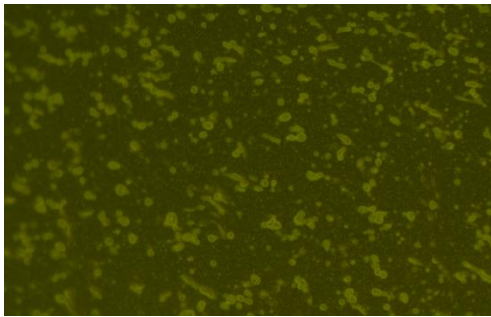
B/I/SL/R



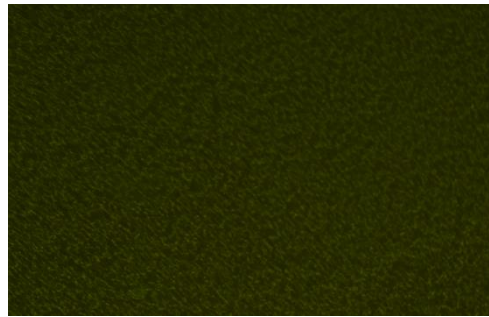
P/I/SL/o



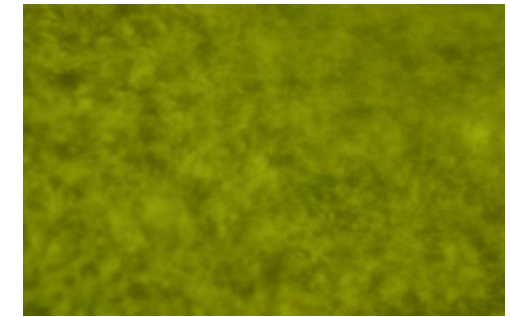
B/I/L/o



B/I/L/o



B/I//Lo



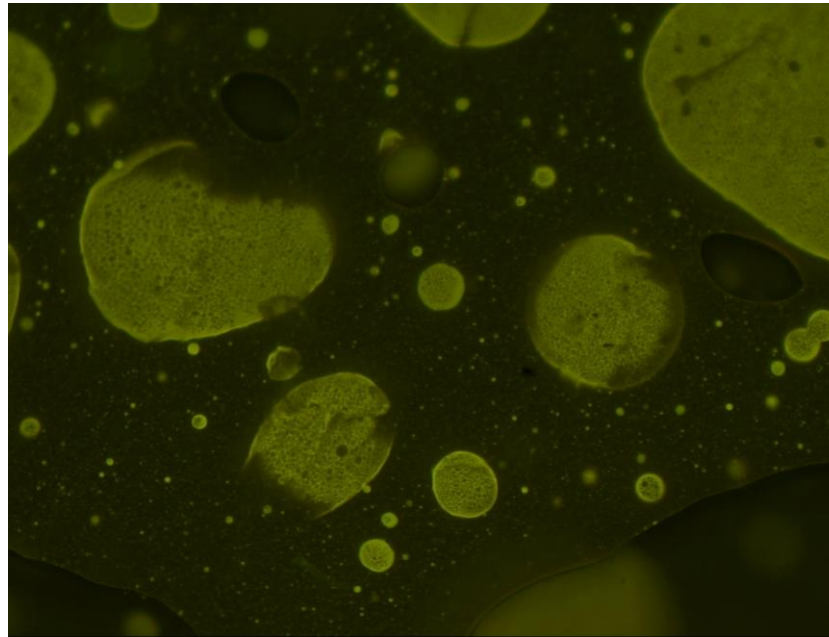
P/H/S/o

Результатом исследования может быть. Как сохраненное изображение, так и комбинация из букв обозначающая морфологию битумного вяжущего.

Результаты исследования

обозначение морфологии образца	
Непрерывность фазы	P непрерывная полимерная фаза B непрерывная битумная фаза X обе фазы
Описание фазы	H гомогенно (однородно) I негомогенно (неоднородно)
Описание размера	S маленький (<10мкм) M средний (от10 до 100мкм) L большой (>100мкм)
Описание формы	r округлый s вытянутый o иной формы

Результаты исследования



B//SL/r

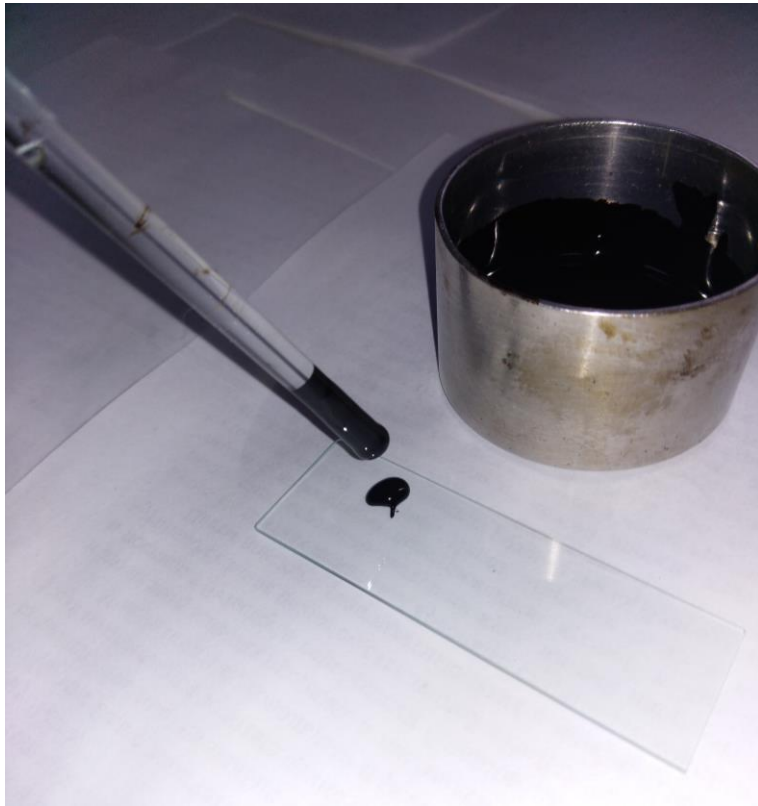
Непрерывная битумная фаза/не гомогенный/маленький; большой/округлая форма

**НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ
ТРАНСПОРТНО-СТРОИТЕЛЬНОГО КОМПЛЕКСА**

www.niitsk.ru



Влияние подготовки образцов



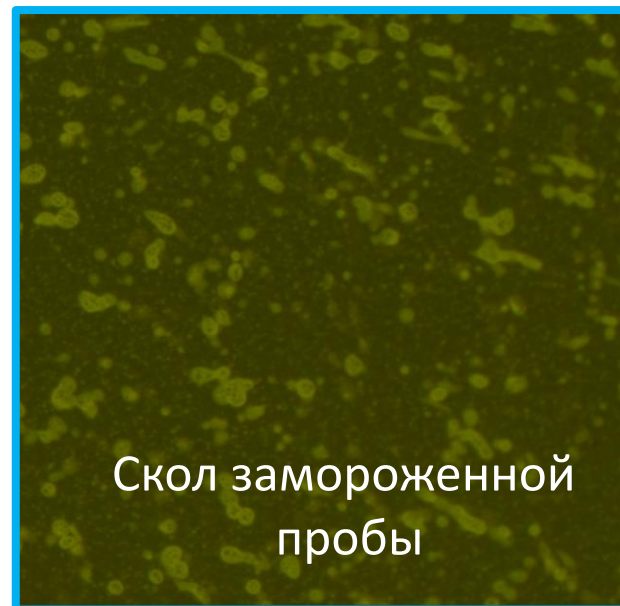
Методика подготовки образца
путем нанесения капли
горячего материала

Простота выполнения, НО
Не моделирует условий
технологического процесса
и как следствие получение
недостоверного результата

Влияние подготовки образцов

Образец полимерно-битумного вяжущего ПБВ60 по
ГОСТ Р 52056

под увеличением X200 подготовленный различными
способами



**НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ
ТРАНСПОРТНО-СТРОИТЕЛЬНОГО КОМПЛЕКСА**

www.niitsk.ru



Влияние термоистории образца на распределение полимера и физические характеристики материала

Было подготовлено два образца одного вяжущего марки ПБВ60 по ГОСТ Р 52056 двумя различными способами

Первый способ:

материал разогрели в сушильном шкафу до температуры 130°C, перемешали в течение десяти секунд

Второй способ:

материал разогрели в сушильном шкафу до температуры 180°C, перемешали в течение трех минут

Большая разница?

Давайте взглянем в микроскоп!!!

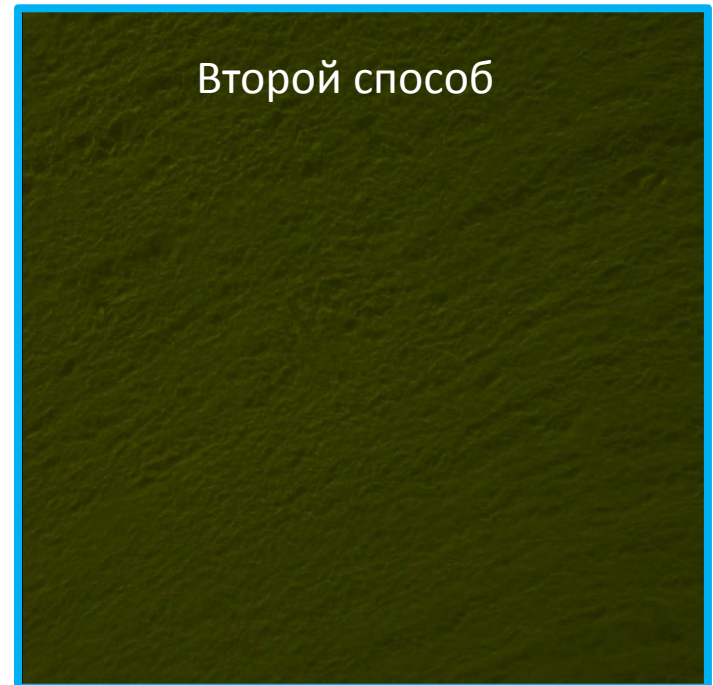
**НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ
ТРАНСПОРТНО-СТРОИТЕЛЬНОГО КОМПЛЕКСА**

www.niitsk.ru



Влияние термоистории образца на распределение полимера и физические характеристики материала

Один и тот же материал, но разные условия подготовки образцов
ПБВ60 по ГОСТ Р 52056 увеличение X200



Разницу можно увидеть

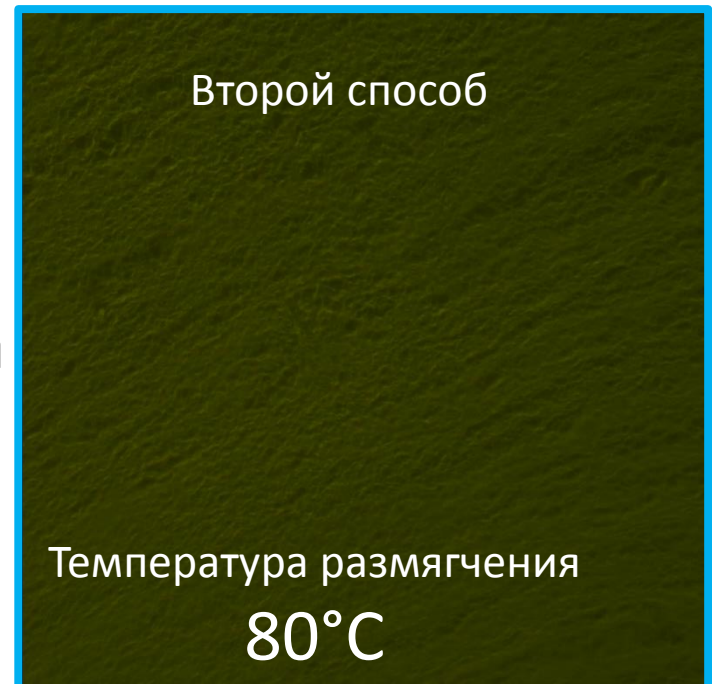
**НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ
ТРАНСПОРТНО-СТРОИТЕЛЬНОГО КОМПЛЕКСА**

www.niitsk.ru



Влияние термоистории образца на распределение полимера и физические характеристики материала

Один и тот же материал, но разные условия подготовки образцов ПБВ60 по ГОСТ Р 52056 увеличение X200



Разница
14°C !!!

и измерить

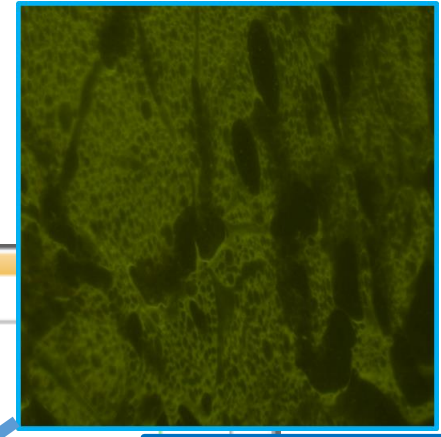
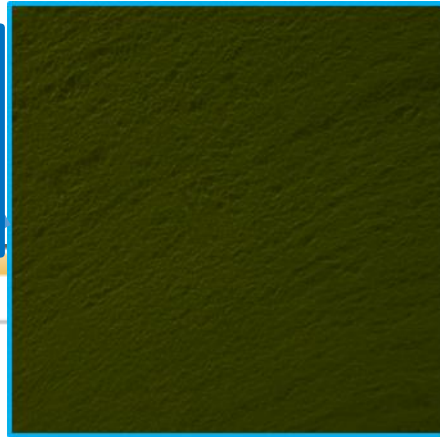
**НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ
ТРАНСПОРТНО-СТРОИТЕЛЬНОГО КОМПЛЕКСА**

www.niitsk.ru

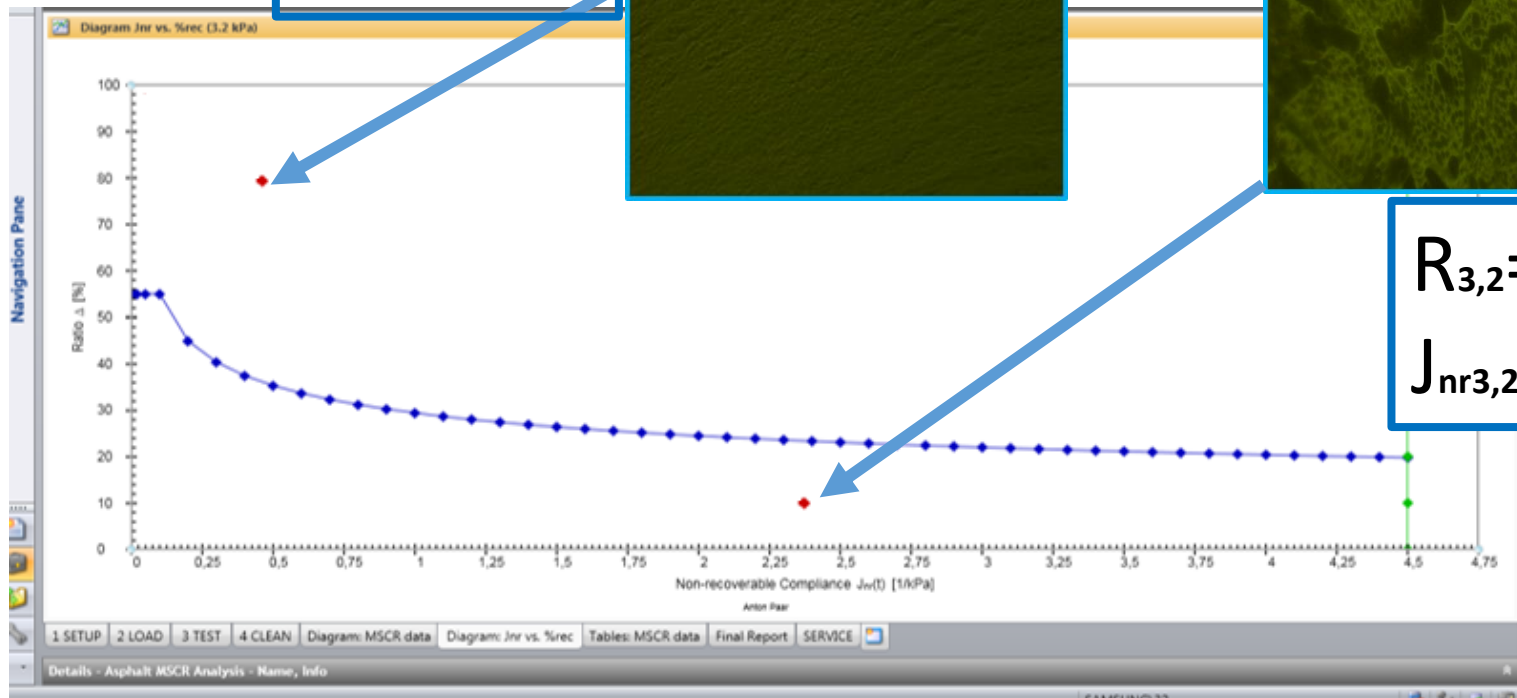


Влияние термоистории образца на распределение полимера и физические характеристики материала

$R_{3,2}=79\%$
 $J_{nr3,2}=0,46$



$R_{3,2}=13\%$
 $J_{nr3,2}=2,36$



**НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ
ТРАНСПОРТНО-СТРОИТЕЛЬНОГО КОМПЛЕКСА**

www.niitsk.ru



Стоит отметить, что флуоресцентная микроскопия не может дать окончательную оценку качества материала, но может дать важную информацию о параметрах, которые могут повлиять на конечное качество.

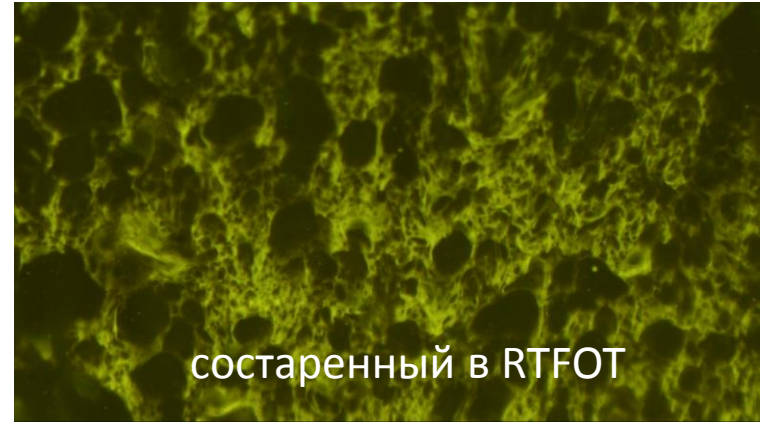
Спасибо за внимание!

**НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ
ТРАНСПОРТНО-СТРОИТЕЛЬНОГО КОМПЛЕКСА**

www.niitsk.ru



Изменения в битумном вяжущем в процессе старения



**НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ
ТРАНСПОРТНО-СТРОИТЕЛЬНОГО КОМПЛЕКСА**

www.niitsk.ru



а образцов



**НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ
ТРАНСПОРТНО-СТРОИТЕЛЬНОГО КОМПЛЕКСА**

www.niitsk.ru

