



## ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОЛИЧЕСТВА ПОЛИМЕРА В БИТУМНЫХ ВЯЖУЩИХ С ПРИМЕНЕНИЕМ ИК-СПЕКТРОМЕТРИИ, ЦЕЛИ, ЗАДАЧИ, ПЕРСПЕКТИВЫ ПРИМЕНЕНИЯ

Руководитель лаборатории  
битумных материалов  
Рожков Иван Михайлович

# Области применения ИК спектроскопии

Пищевые и сельскохозяйственные продукты  
13 стандартов

Изделия для медицины  
4 стандарта

Жидкие нефтепродукты и топлива  
9 стандартов

Вода  
3 стандарта

ИК-Фурье спектроскопия  
объекты анализа  
действующие стандарты

Полимеры  
11 стандартов

Почва  
3 стандарта

Воздух  
1 стандарт

Другие  
3 стандарта



# Разнообразие производителей и моделей ИК-спектрометров

ИФРАСПЕК,  
Санкт-Петербург



СИМЕКС,  
Новосибирск



ИнфраЛЮМ,  
Санкт-Петербург



OPTOSKY  
Photonics (КНР)



Bruker,  
Германия



Shimadzu,  
Япония



JASCO,  
Япония



PG Instruments, UK



# Применяемые битумные вяжущие материалы

Битум  
(БНД по ГОСТ 33133  
или ГОСТ Р 58829)



✓ без полимерных  
модификаторов

Полимерно-битумное  
Вяжущее (ПБВ по  
ГОСТ Р 52056)



✓ С модификатором  
(СБС)

Битумное вяжущее (PG  
X Y по ГОСТ Р 58400.1  
и PG X(Z) Y по ГОСТ Р  
58400.2 )



✓ без модификатора  
✓ с модификатором СБС  
✓ с другими полимерными  
модификатором



# Методы отличия модифицированных СБС вяжущих от не модифицированных

Эластичность по ГОСТ Р 52056



Позволяет определить эффективность «работы» СБС

Энергия деформации ГОСТ EN 13703



Позволяет определить эффективность модификации

Флюоресцентная микроскопия ПНСТ 377



Позволяет определить распределение полимера СБС в битумном вяжущем

Метод определения количества полимера  
Отсутствует в РФ



Позволяет производить количественную оценку содержания СБС в битумном вяжущем

# Зарубежные методы

**T 521**

## Test method T521

Quantification of polymer modified binders using infrared spectrum

NOVEMBER 2012



- ✓ Универсальный
- ✓ Не нужно знать точную марку СБС
- ✓ Без применения калибровочных зависимостей



- ✓ Не содержит методику с применением НПВО
- ✓ Применяется растворитель

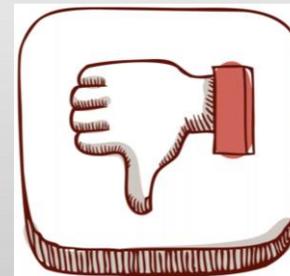
**T 302**

**Standard Method of Test for Polymer Content of Polymer-Modified Emulsified Asphalt Residue and Asphalt Binders**

AASHTO Designation: T 302-15



- ✓ Позволяет применять НПВО



- ✓ Применим с ограничениями
- ✓ Требуется предварительного определения калибровочных зависимостей

## Предпосылки к разработке стандарта

**Потенциальные пользователи: производители и потребители**

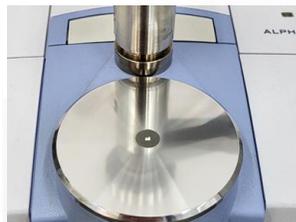
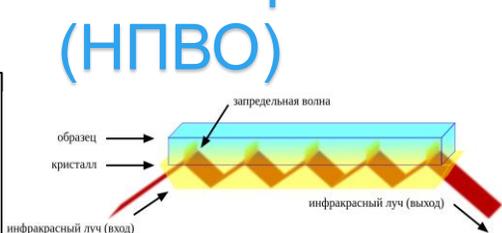
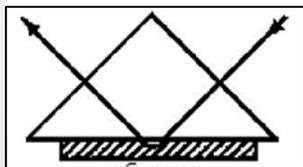
Существует запрос на определение количественного содержания полимера СБС в составе битумного вяжущего

- ✓ **Разделение модифицированных СБС и немодифицированных материалов**
- ✓ **Оценка степени модификации**
- ✓ **Наличие полимера СБС в асфальтобетонном покрытии**
- ✓ **Оценка себестоимости полимерно-битумного вяжущего**
- ✓ **Контроль при производстве**

# Оснащение ИК спектрометра



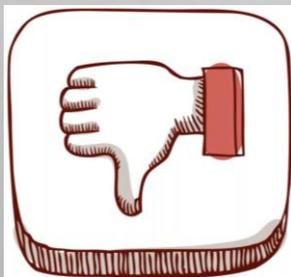
## Приставка Нарушенного полного внутреннего отражения (НПВО)



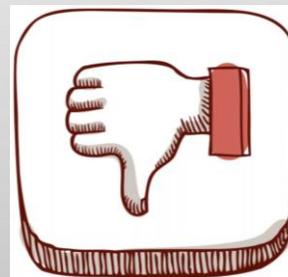
- ✓ Простая пробоподготовка
- ✓ Быстрое получение результата
- ✓ Без применения растворителя



- ✓ Низкая стоимость
- ✓ Не нужна корректировка ИК-спектра
- ✓ Без применения растворителя



- ✓ Стоимость выше
- ✓ Не все производители выпускают
- ✓ Нужна корректировка ИК-спектра



- ✓ Сложная пробоподготовка
- ✓ Применение растворителя
- ✓ Короткий срок службы ИК-окон

## Кюветное отделение для ИК-окна

(Стекла из материала прозрачного для ИК-излучения)





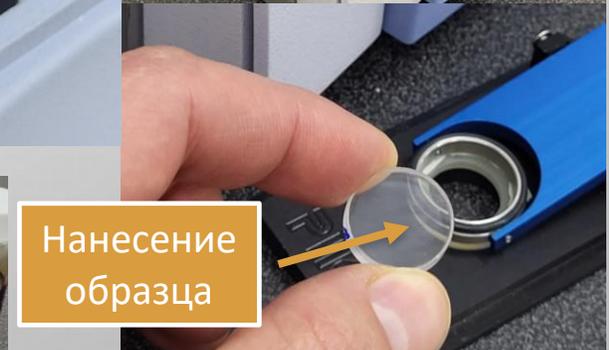
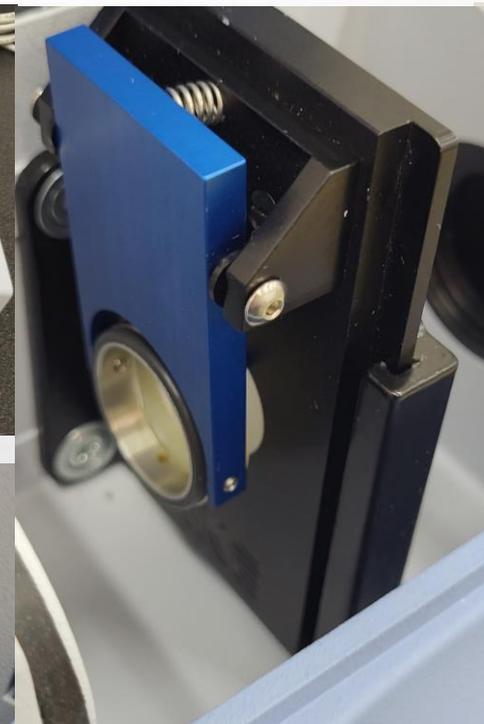
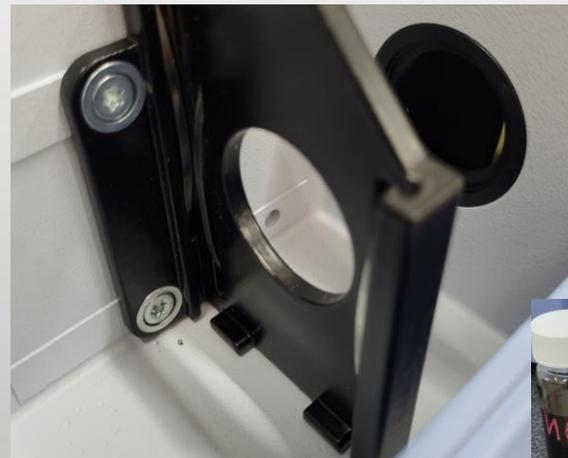
# Разработка проекта ГОСТ Р на ИК спектр

## ИК-спектрометр



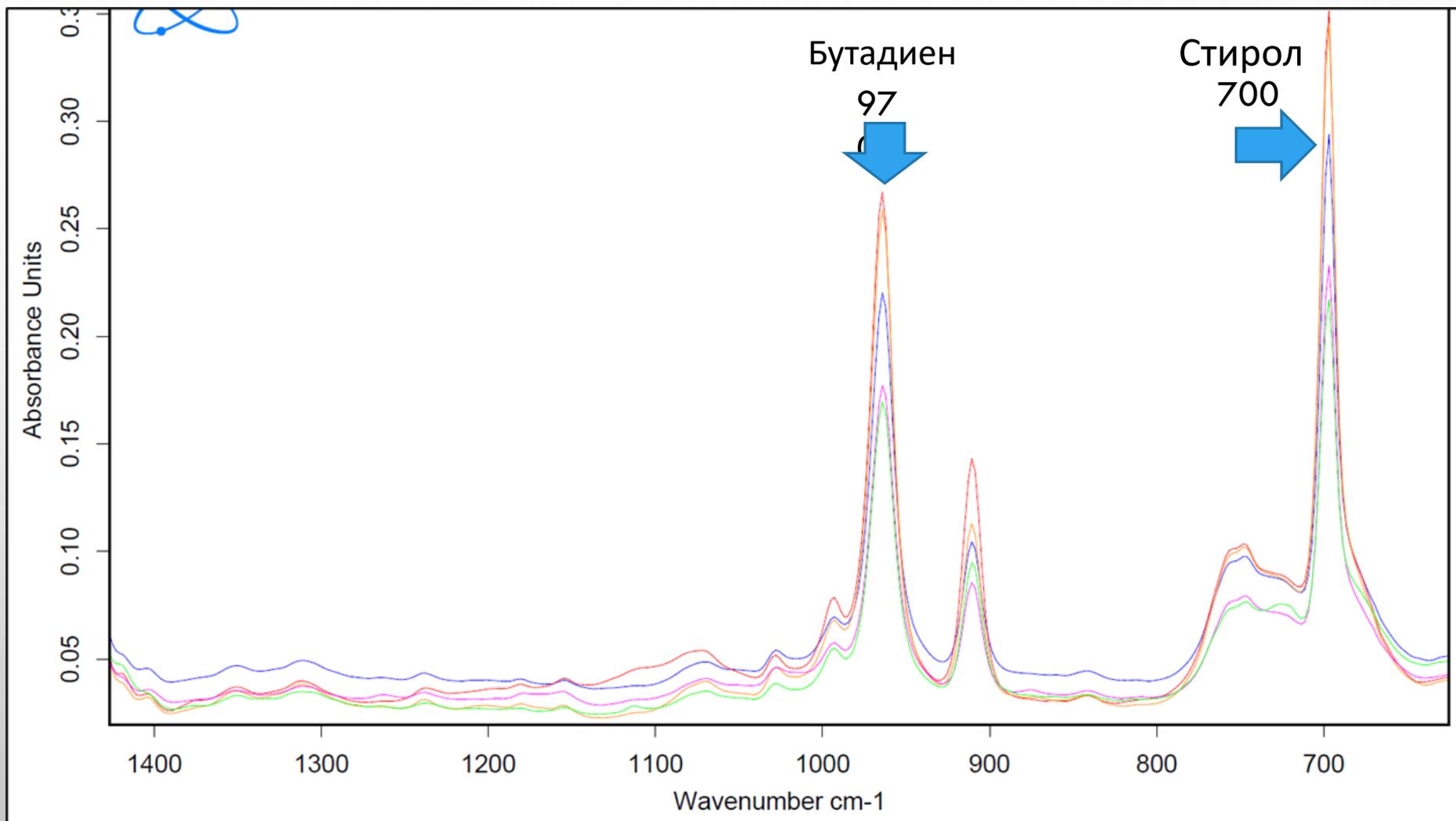
### С приставкой НПВО

### С кюветным отделением для ИК-окон

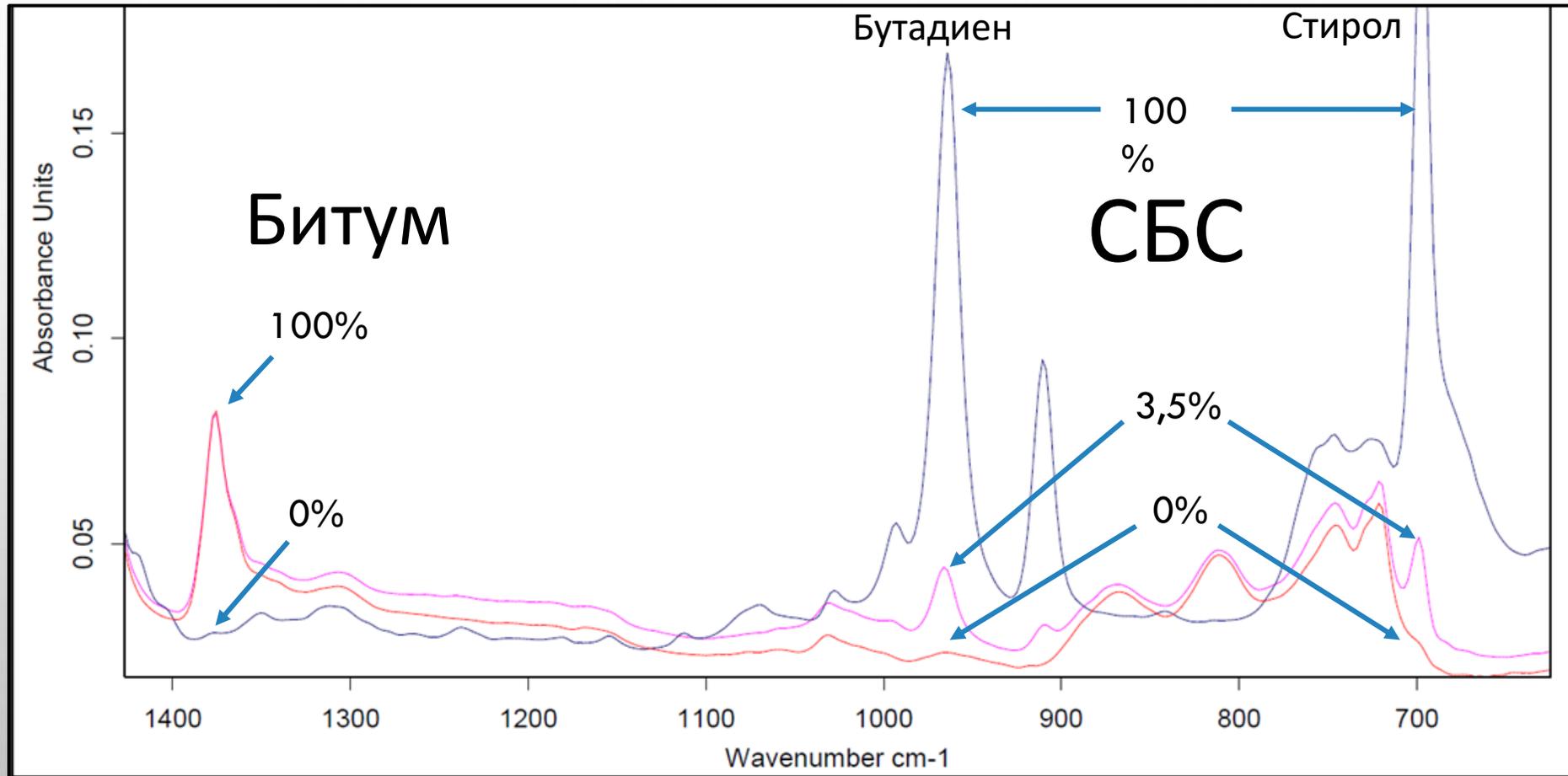


## ПОЛИМЕРЫ ДЛЯ НИР

СБС Р 30-00А  
 СБС Л 30-01А  
 DST R 30-00  
 DST L 30-01  
 DST L 30-01 (SR)  
 СБС Л 7342  
 LG 501  
 KRATON

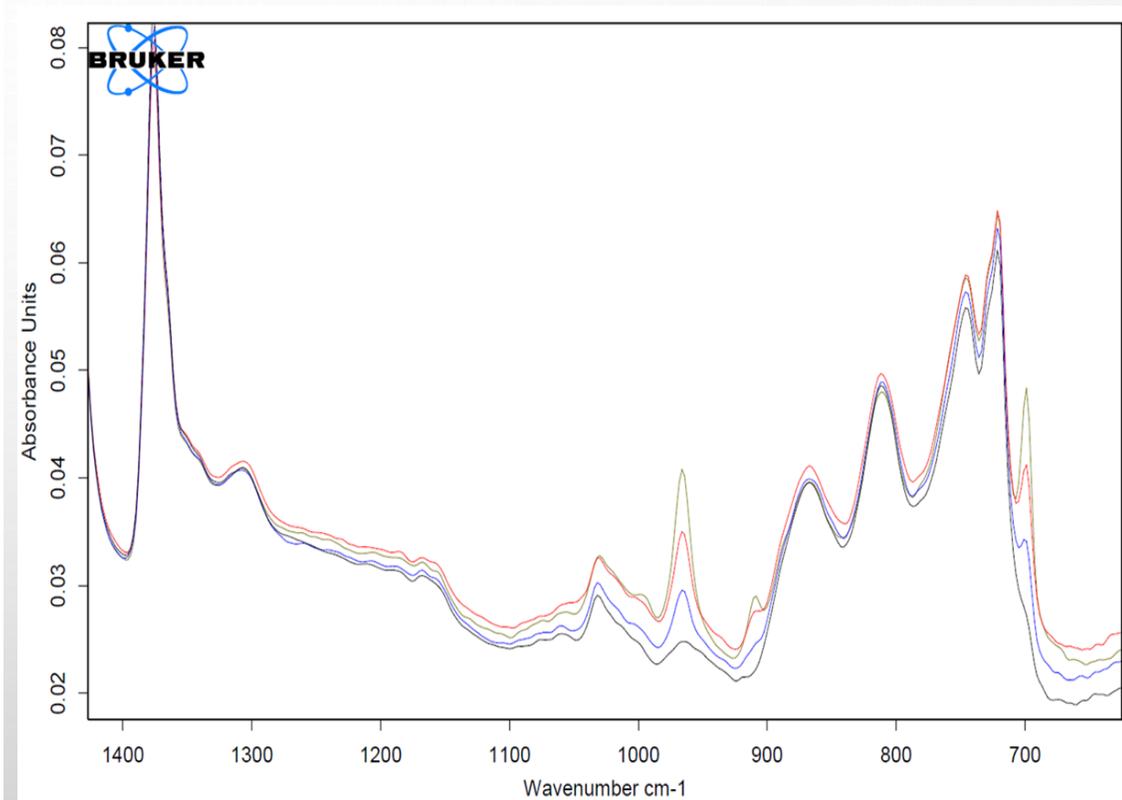
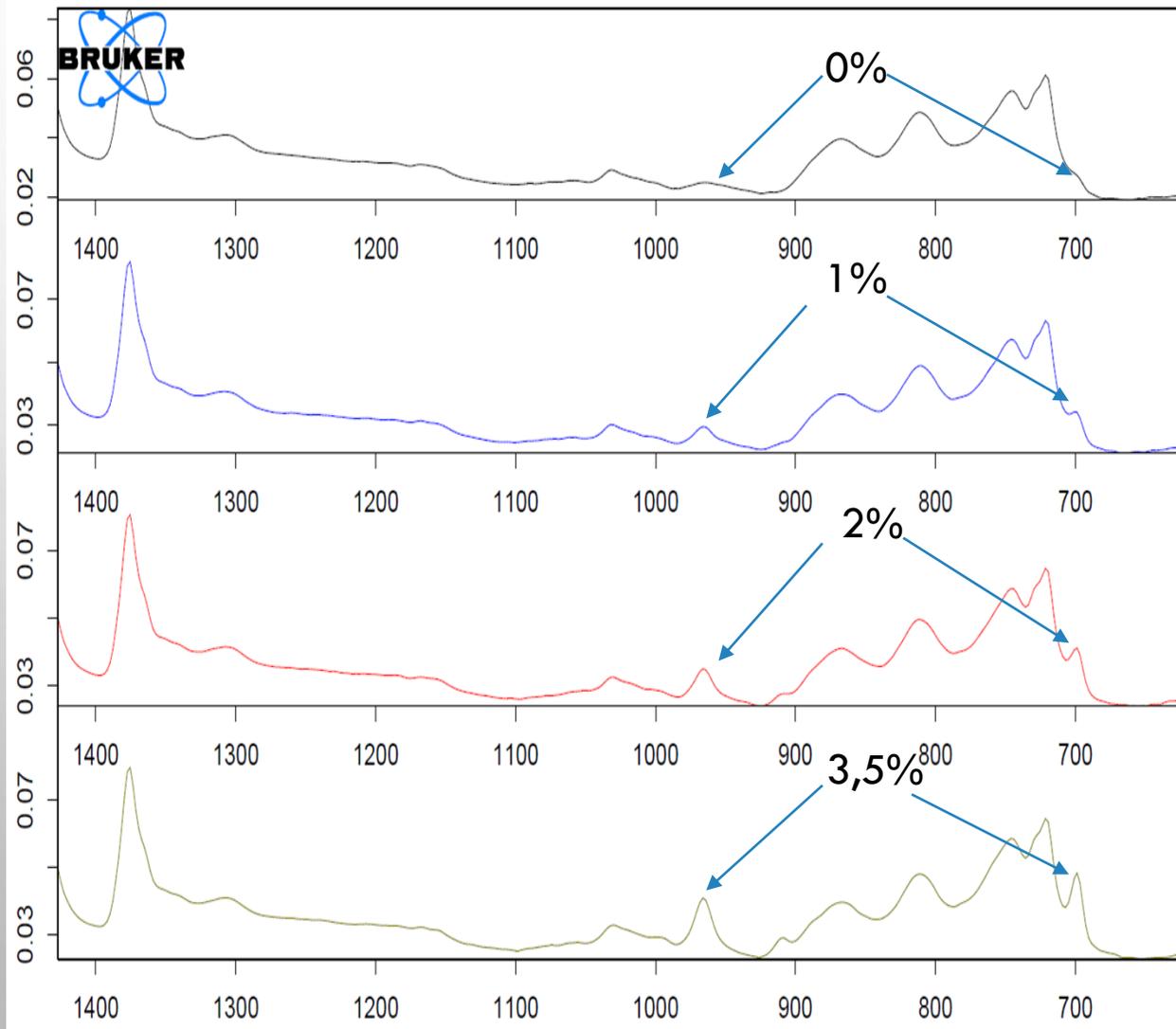


# Спектры СБС, ПБВ и БНД

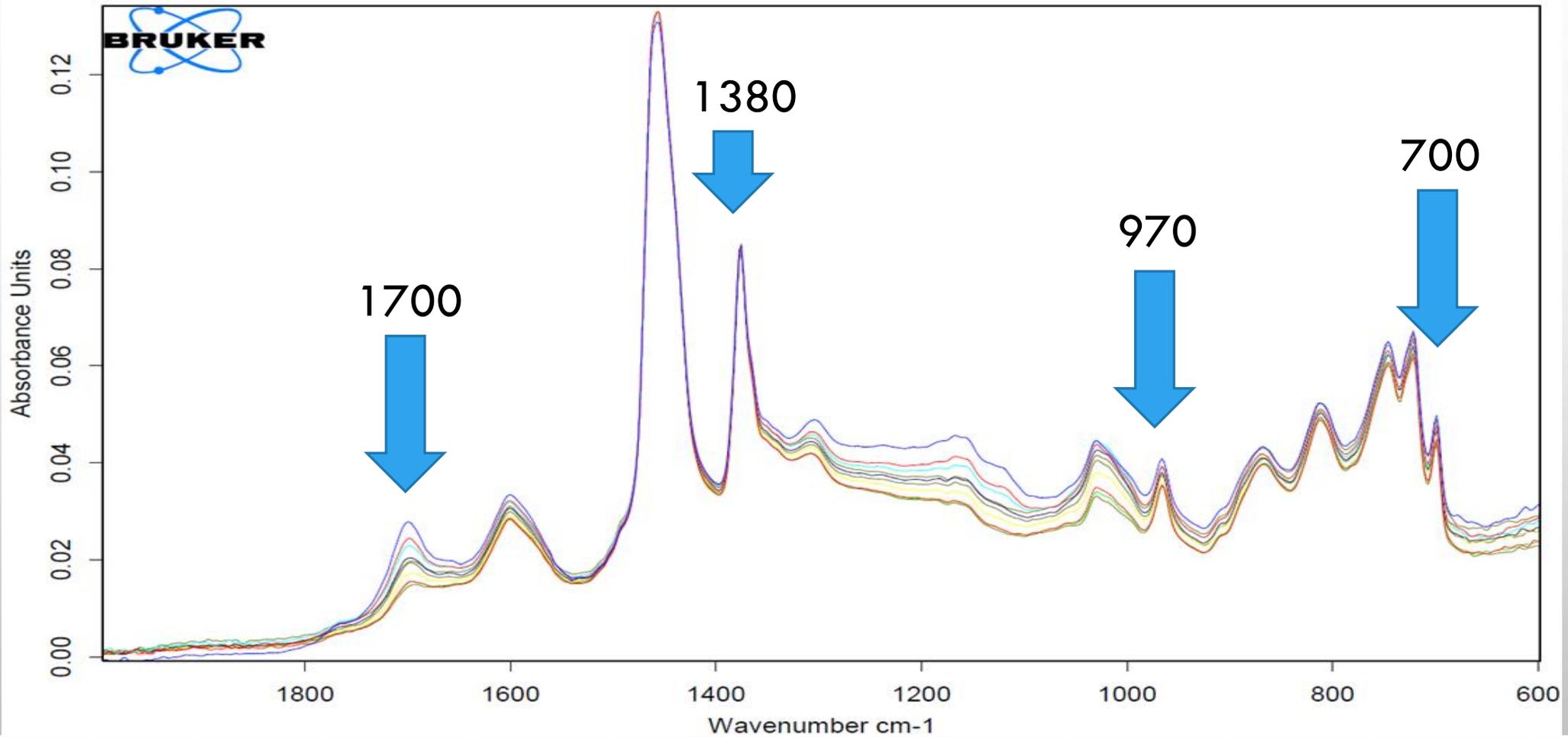




# Спектры БНД и ПБВ (содержание 1%, 2%, 3.5% СБС)

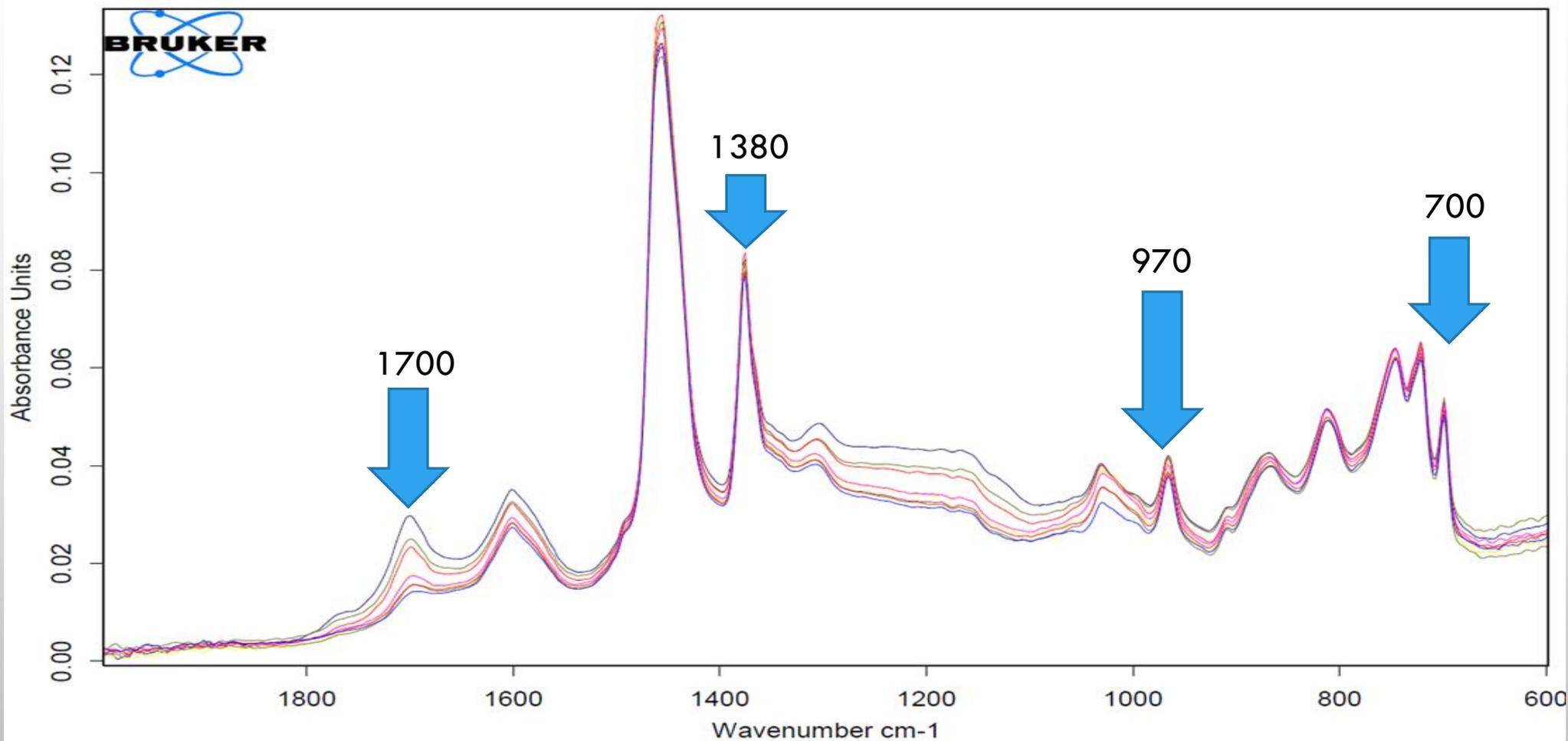


# Влияние старения на ИК-спектры (ПБВ 60)



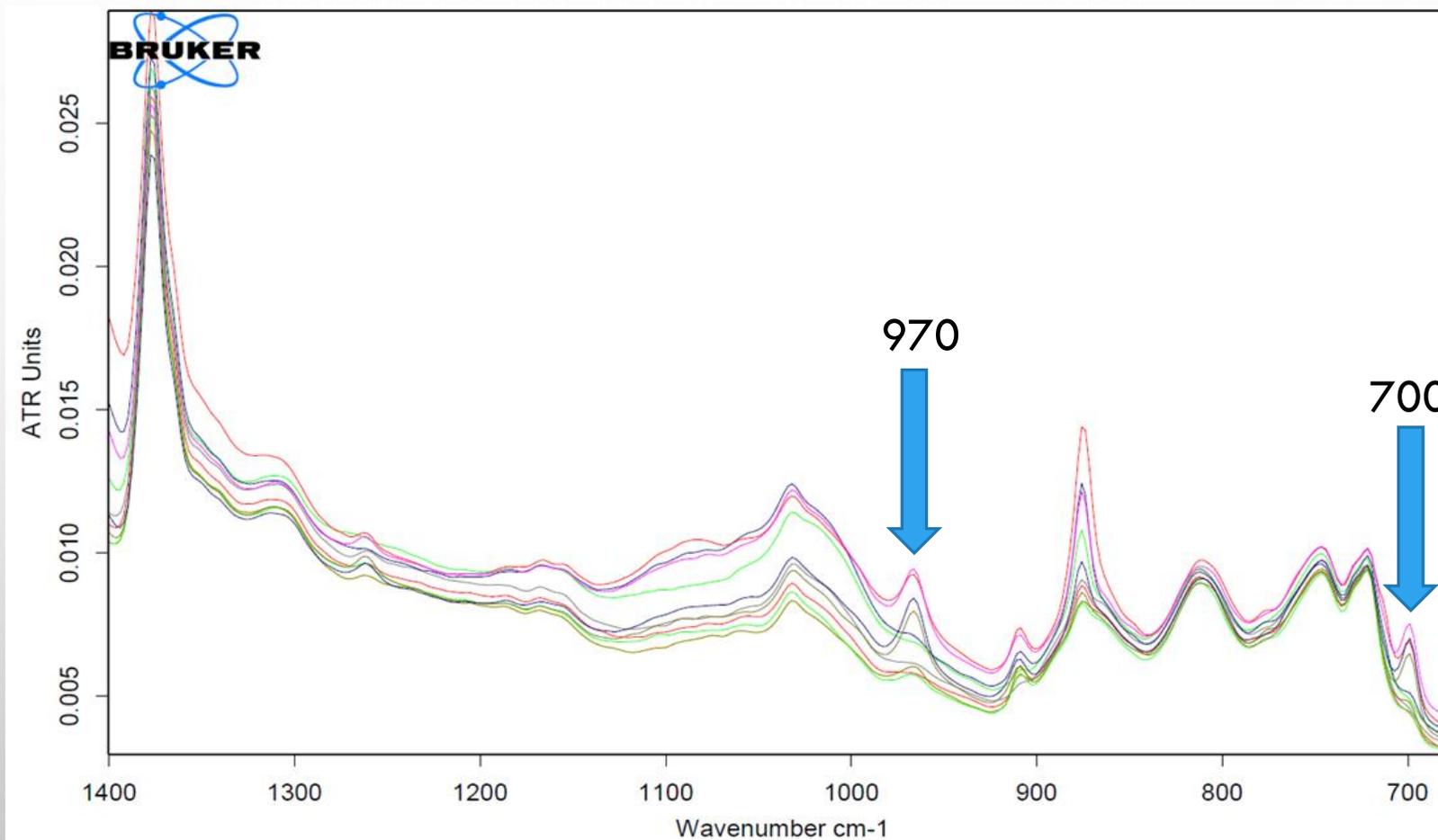
Старение	Исх	RTFO T	PAV 2ч	PAV 4ч	PAV 8ч	PAV 12ч	PAV 16ч	PAV 20ч	PAV 31ч	PAV 40ч	PAV 64ч
СБС, %	2,8	2,8	2,8	2,8	2,8	2,8	2,8	2,8	2,7	2,7	2,7

# Влияние старения на ИК-спектры (PG 70-34)



Старение	Исх	RT	PAV 2ч	PAV 4ч	PAV 8ч	PAV 12ч	PAV 16ч	PAV 20ч	PAV 31ч	PAV 40ч	PAV 64ч
СБС, %	3,5	3,5	3,5	3,5	3,5	3,6	3,6	3,6	3,6	3,7	3,5

# Спектры различных РАР- вяжущих



№ Образца	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
СБС, %	3,3	3,6	2,8	3,1	-	1,0	-	-	-	-

# Сходимость результатов

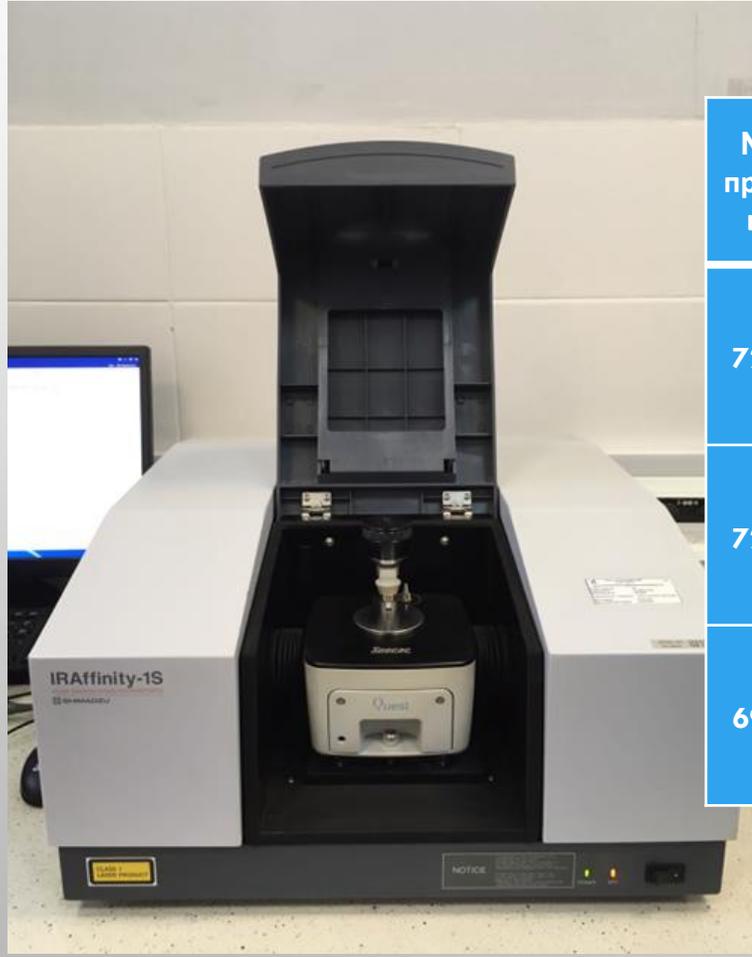


№ пробы	Результаты повторных испытания по определению содержания СБС, %				Максимальное абсолютное расхождение, %
	Результат Первоначальный	Повторный Результат №1	Повторный Результат №2	Повторный Результат №3	
1	2,5	2,5	2,6	2,5	0,1
2	3,2	3,1	3,2	3,1	0,1
3	2,8	2,8	2,7	2,8	0,1
4	3,1	3,0	3,1	3,1	0,1
5	2,6	2,6	2,5	2,6	0,1
6	3,1	3,1	3,1	3,1	0,0
7	2,6	2,6	2,6	2,7	0,1
8	2,3	2,3	2,1	2,2	0,2
9	2,2	2,2	2,2	2,2	0,0
10	2,1	2,0	2,0	2,1	0,1



ИК-спектрометр Shimadzu IRAffinity-1S  
Лаборатория ИЦ ГПН-БМ

ИК-спектрометр Bruker Alpha II  
Лаборатория НИИ ТСК



№ пробы	СБС (факт), %	СБС, % (SHIMADZU)	СБС, % (BRUKER)
721	2,0	1,7	1,8
	3,0	3,0	2,9
	4,0	3,9	3,8
722	2,0	1,5	1,6
	3,0	2,2	2,4
	4,0	3,2	3,3
694	2,0	1,9	1,8
	3,0	2,5	2,5
	4,0	3,5	3,1



# Результаты исследований

№ пробы	Заявленный СБС, %	Результат испытаний	Абсолютное расхождение, %
75	3,9	3,4	0,5
76	3,6	3,1	0,5
77	3,1	2,7	0,4
78	3,8	3,5	0,3
79	2,2	2,2	0
80	2,4	2,5	0,1
81	3,6	3,2	0,4
82	2,8	2,6	0,2
83	3,9	3,4	0,5
85	4,6	4,1	0,5
86	2,3	2,4	0,1
03	3,6	3,1	0,5
04	3,6	3,1	0,5
05	3,6	3,1	0,5

№ пробы	Заявленный СБС, %	Результат испытаний	Абсолютное расхождение, %
06	1,3	1,5	0,2
07	3,7	3,4	0,3
08	1,5	1,8	0,3
09	3,5	3,1	0,4
010	3,6	3,3	0,3
011	3,3	3,2	0,1
012	3,7	3,2	0,5
111	2,0	2,0	0
014	3,3	2,8	0,5
24	1,0	1,3	0,3
25	1,5	1,7	0,2
26	2,0	2,0	0
27	2,5	2,5	0

## Основные выводы по результатам исследований

- ✓ ИК-спектр позволяет детектировать количественное содержание СБС в ПВХ
- ✓ Степень старения материала не оказывает существенного влияния на качество определения СБС
- ✓ Различия в марках СБС и производителях не оказывают существенного влияния на точность результатов
- ✓ Приставка НПВО и ИК-стекла могут быть применены

# НИИ СТ

## ПНСТ «Метод определения количества полимера с использованием инфракрасного спектра»

### Область применения

Распространяется битумные вяжущие с СБС и устанавливает метод определения количества СБС с использованием ИК спектра.

Применим для битумных вяжущих по:

- ✓ ГОСТ Р 58400.1,
- ✓ ГОСТ Р 58400.2,
- ✓ ГОСТ Р 52056,
- ✓ Применим для состаренных по методам RTFOT, PAV, УСК, УСД.
- ✓ для RAP-вяжущих

Важно! Метод применим для материалов с содержанием СБС в количестве от 1 % до 7 %.

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ		
	ПРЕДВАРИТЕЛЬНЫЙ НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ	ПНСТ (проект)
<b>Дороги автомобильные общего пользования</b> МАТЕРИАЛЫ ВЯЖУЩИЕ НЕФТЯНЫЕ БИТУМНЫЕ Метод определения полимера с использованием инфракрасного спектра		
<i>Настоящий проект стандарта не подлежит применению до его утверждения</i>		
Москва Российский институт стандартизации 2022		

# Определение количества СБС

Определяются высоты  $A$   
(относительно базовой линии)  
для каждого из трех Пиков на  
ИК-спектре

Пик 1



700  $\text{cm}^{-1}$

Пик 2



970  $\text{cm}^{-1}$

Пик 3



1380  $\text{cm}^{-1}$

Количество СБС, %

$$\text{СБС} = 5,25 \cdot \frac{(A_1 + 2 \cdot A_2)}{A_3}$$

$$5,25 \cdot \frac{A_1}{A_3}$$



Количество  
Стирола

$$10,5 \cdot \frac{A_2}{A_3}$$



Количество  
Бутадиена

## Требования к оформлению протокола испытаний

- ✓ Данные о происхождении пробы и информацию о наличии и типе полимерного модификатора
- ✓ Идентификацию испытательного оборудования;
- ✓ Тип приставки (кювета с ИК-окном или элемент НПВО);
- ✓ Относительные высоты пиков;
- ✓ Результат испытания (количество СБС);
- ✓ При необходимости документ может содержать изображение ИК-спектра.

## Требуемая информация от производителя

*О компонентном составе поставляемой продукции*

Битум, модифицированный полимером, марки РМВ 40/100-48 (Type-1) производится в соответствии со стандартом организации СТО 44925644-016-2015 «Битум, модифицированный полимером. Технические требования».

Для производства Битум, модифицированный полимером, марки РМВ 40/100-48 (Type-1) применяются сырье и материалы российского и импортного производства. Компонентный состав представлен в таблице 1.

Таблица 1

Наименование компонентов	Содержание, %
Битум нефтяной дорожный марки БНД 70/100	96,5-97,5
Пластификатор Т	0,8-1,3
Thermal plastic elastomer GLOBALPRENE 3501	1,7-2,2

Информация о сырье:

Наименование компонентов	Нормативный документ
Битум нефтяной дорожный марки БНД 70/100	ГОСТ 33133-2014
Пластификатор Т	ТУ 000315-11 с изменением 1
Thermal plastic elastomer GLOBALPRENE 3501	ТУ 20.17.10-214-05766801-2020 изм. 1



**Спасибо за внимание!**

**Вопросы?**

[extralab@mail.ru](mailto:extralab@mail.ru)