

УДК 625.857.6

ОПРЕДЕЛЕНИЕ МИКРОСТРУКТУРЫ СТАБИЛИЗИРУЮЩЕЙ ЦЕЛЛЮЛОЗНО-БУМАЖНОЙ ДОБАВКИ «АРМИДОН» НА РАСТРОВОМ ЭЛЕКТРОННО-СКАНИРУЮЩЕМ МИКРОСКОПЕ JSM-6510LV

Ястремский Д.А., Чепур П.В., Абайдуллина Т.Н.

ФГБОУ ВПО «Тюменский индустриальный университет», Тюмень,

e-mail: yaster.dmitry@yandex.ru, chepur@me.com

В данной работе были проведены исследования микроструктуры стабилизирующей целлюлозно-бумажной добавки «АРМИДОН». В результате микроанализа стабилизирующей добавки «АРМИДОН» были получены цифровые микрофотоснимки, благодаря которым были определены геометрические параметры волокна, характер взаимного расположения волокон в пространстве и их форма. Для более полного анализа структуры стабилизирующей добавки был проведён рентгеноспектральный микроанализ её волокон в различных точках. С использованием этого метода было определено процентное содержание (по массе) химических элементов разработанной авторами добавки. По результатам анализа установлено, что распределение химических элементов в структуре неоднородно. Получены графические данные с определением рентгеновского спектра, что, в свою очередь, позволило определить наличие химических элементов в структуре целлюлозно-бумажных волокон стабилизирующей добавки «АРМИДОН».

Ключевые слова: рентгеноспектральный анализ, микроскоп, микрофотоснимки, структура, стабилизирующая добавка, АРМИДОН

DETERMINATION OF THE MICROSTRUCTURE STABILIZING THE PULP AND PAPER ADDITIVE «ARMIDON» BY THE RASTER ELECTRON SCAN MICROSCOPE JSM-6510LV

Yastremsky D.A., Chepur P.V., Abaidullina T.N.

FGBOU VPO «Tyumen industrial University», Tyumen,

e-mail: yaster.dmitry@yandex.ru, chepur@me.com

In this work, we investigated the microstructure stabilizing the pulp and paper additive «ARMIDON». As a result of the microanalysis of the stabilizing additive «ARMIDON» there were received digital microphotonic, through which the geometrical parameters of the fibers, the nature of the mutual position of the fibers in space and their shape were defined. For a more complete analysis of the structure of the stabilizing additives microanalysis of its fibers at various points by x-ray was conducted. Thanks to this methods, it was determined the percentage, by mass, of chemical elements supplements. Consequently, it was concluded that the distribution of chemical elements in the structure is inhomogeneous. Also there was received graphic data with the definition of the x-ray spectrum, which in turn allowed us to determine the presence of chemical elements in the structure of pulp and paper fiber stabilizing additive «ARMIDON».

Keywords: x-ray spectral analysis, the microscope, microphotonic, structure, stabilizing additive, ARMIDON

Решение проблемы продления срока службы дорожных покрытий является одной из важнейших задач дорожной отрасли. Преждевременный выход из строя дорожных покрытий, ухудшение их транспортно-эксплуатационных характеристик из-за разного рода повреждений под действием постоянно увеличивающихся транспортных нагрузок и непредсказуемых погодноклиматических условий в северных регионах нашей страны заставляют дорожное хозяйство тратить значительные трудовые, материальные и финансовые ресурсы на ремонт и содержание автомобильных дорог и городских улиц. Это влечёт за собой снижение темпов развития сети высококачественных автомобильных дорог с усовершенствованными типами покрытия, так как большая часть ресурсов направляется на поддержание в удовлетворительном состо-

янии имеющейся инфраструктуры. Одним из направлений по повышению эксплуатационных показателей асфальтобетонных покрытий является разработка новых модифицирующих и стабилизирующих добавок, которые бы позволили повысить прочностные свойства дорожных покрытий без отклонения от действующих нормативно-технических документов [6].

Одной из таких добавок является стабилизирующая целлюлозно-бумажная добавка «АРМИДОН» для щебеночно-мастичного асфальтобетона. Известны ещё некоторые разновидности стабилизирующих добавок, приведённые в работах [3, 8, 10]. Добавка «АРМИДОН» состоит из целлюлозного волокна, полученного в ходе размельчения макулатуры, с добавлением специального связующего и модификаторов. Выпускается в виде цилиндрических гранул светло-ко-

ричного цвета. Основные характеристики стабилизирующей добавки «АРМИДОН» приведены в табл. 1.

Таблица 1
Основные характеристики стабилизирующей добавки «АРМИДОН»

Наименование показателя	Значение
Средняя длина гранулы	2-10 мм;
Средняя толщина гранулы	5 ± 1 мм;
Объемная плотность	500 г/л;
Термическое разрушение	200 °С;
Температура возгорания	500 °С;
Растворимость в воде (при 20 °С)	нерастворим;
Базовый исходный материал	техническая целлюлоза;
Содержание целлюлозы	85-90%;
Водородный показатель pH	$7,5 \pm 1$;

Согласно ТУ 5718-001-50530418-10 содержание волокон длиной от 0,2 до 2,0 мм составляет 89% по [1] не менее 85%, влажность по массе 5,7% по [1] не более 8,0%, термостойкость при температуре 220 °С по изменению массы при прогреве 1,7%, по [1] не более 7%.

Для изучения микроструктуры использовался электронный микроскоп серии JSM-6510LV (рис. 1) с разрешением в вы-

соке вакууме до 3 нм. Сущность методики заключается в том, что исследуемый образец помещается в вакуумную камеру растрового электронного микроскопа и облучается сфокусированным направленным пучком электронов высокой энергии. Пучок электронов (электронный зонд) взаимодействует с приповерхностным участком образца глубиной обычно менее нескольких микрон. Объем зоны взаимодействия зависит как от ускоряющего напряжения, так и от плотности материала образца и для массивной мишени находится в диапазоне от первых десятых долей до десяти кубических микрон. Генерация рентгеновского излучения является результатом неупругого взаимодействия между электронами и образцом. Рентгеновское излучение появляется в результате двух главных процессов: эмиссии характеристического излучения и эмиссии фонового, или тормозного излучения. Полученные результаты обрабатываются в программном комплексе SmileShot™, который гарантирует оптимальные рабочие установки. Одним из главных преимуществ микроскопа модели JSM-6510LV является низковакуумный режим, который включается одним щелчком компьютерной мыши, позволяя изучать влажные или неприводимые образцы без напыления и полностью обезопасить себя от внешних воздействий.

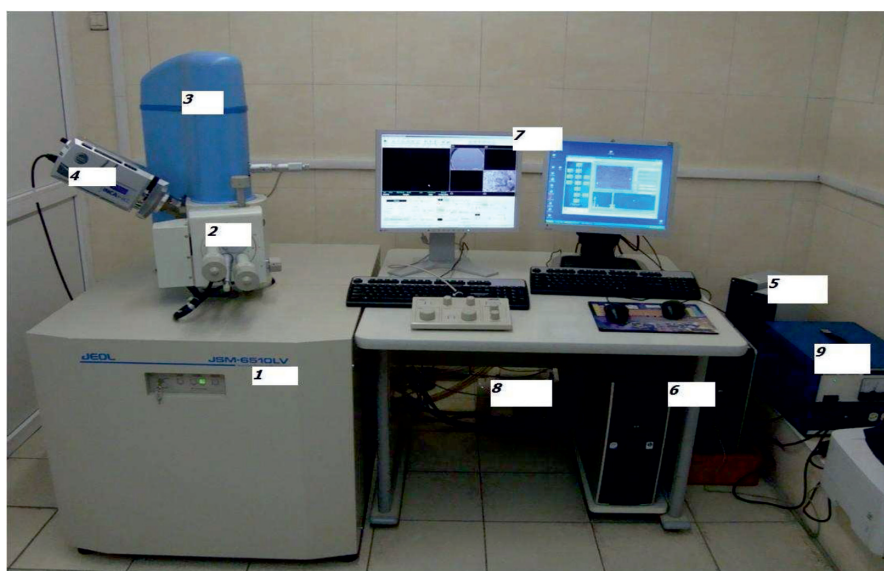


Рис. 1. Основные узлы и блоки аналитического комплекса РЭМ JSM-6510LV.

1 – стенд прибора с автоматической высоко/низковакуумной системой и электронными системами управления; 2 – камера для образцов; 3 – электронно-оптическая система (колонна), установленная на камере для образцов; 4 – энергодисперсионный рентгеновский спектрометр модели INCA Energy 350, Oxford Instruments (Великобритания); 5 – электронные блоки рентгеновских спектрометров; 6 – управляющие компьютеры (2 шт.); 7 – видеомониторы (2 шт.); 8 – пластинчато-ротаторный форнасос; 9 – генератор напряжений

Основными особенностями приборов этой серии являются:

- термоэмиссионная пушка с вольфрамовым катодом;
- автоматическая настройка для типовых образцов;
- настраиваемый интерфейс программного обеспечения;
- улучшенное получение изображения во вторичных электронах;
- супер-коническая объективная линза;
- полностью автоматизированная вакуумная система.

На рис. 1 показан общий вид аналитического комплекса РЭМ JSM–6510LV.

Обобщенные данные по основным техническим и эксплуатационным характеристикам комплекса сканирующего электронного микроскопа приведены в табл. 2 [7]. Также в таблице представле-

ны управляющие параметры для создания изображения, детекторы, максимальные значения перемещения столика для образцов и максимальное разрешение визуального сигнала.

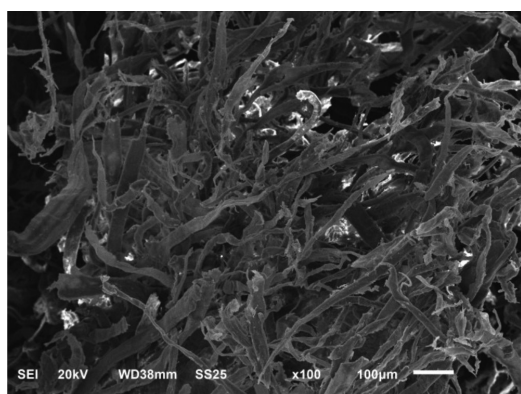
С помощью представленного выше микроскопа были получены микрофотоснимки путем фотосъемки предварительно подготовленных образцов гранулированной целлюлозно-бумажной добавки «АРМИДОН» для щебеночно-мастичных асфальтобетонных смесей.

При обработке электронно-микроскопических изображений была получена количественная информация об элементах структуры, их взаимном расположении в пространстве. Производился замер геометрических параметров добавки, изучалась её структура, характер взаимного расположения волокон их размер и форма.

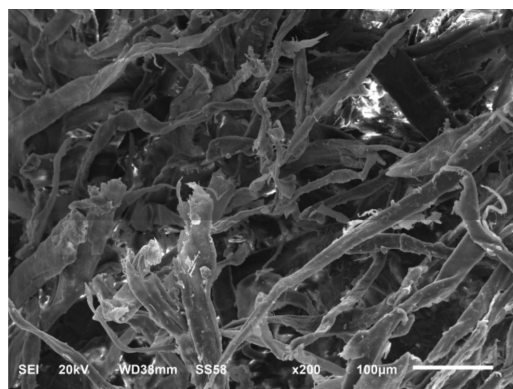
Таблица 2

Основные технические характеристики микроскопа JSM–6510LV

Параметры	Значения
Тип источника электронов	Вольфрамовая нить
Пространственное разрешение	3 нм
Пространственное разрешение в низковакуумном режиме	4 нм
Энергия электронного луча	от 500 эВ до 30 кэВ
Увеличение	от 5 до 300 000
Ток луча	от 1 пА до 1 мкА
Детекторы	SEI – изображение во вторичных электронах; BEC – изображение в обратно-рассеянных электронах
Аналитические приставки – опции	Система энергодисперсионного микроанализа INCA Energy 350
Максимальный размер образца	150 мм диаметром
Столик образцов	5 координат (X, Y, Z, T, R)
Система вакуумной откачки	Пластинчато-роторный форнасос



а



б

Рис. 2. а – микрофотоснимок стабилизирующей добавки «АРМИДОН» со 100-кратным увеличением; б – с 200-кратным увеличением

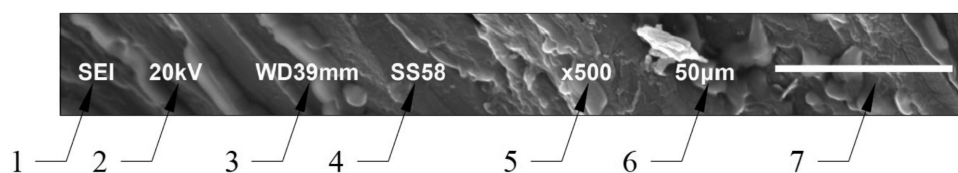
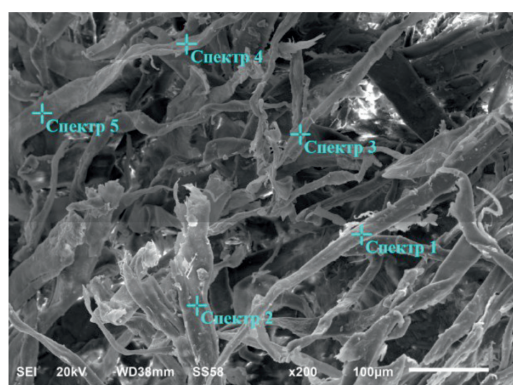
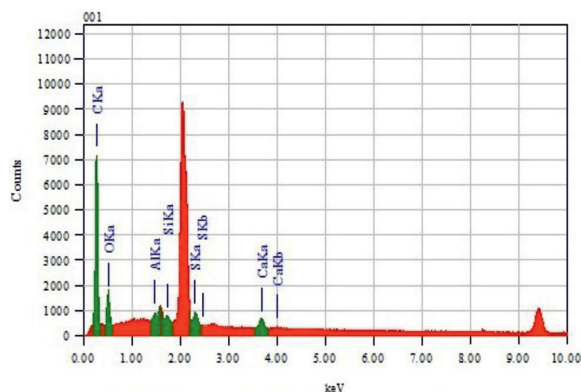


Рис. 3. Основные параметры для создания изображения. 1 – режим детектора; 2 – ускоряющее напряжение; 3 – рабочее расстояние; 4 – зондовый ток; 5 – увеличение; 6 – размер; 7 – размерная линия



а



б

Рис. 4. а – микрофотоснимок добавки «АРМИДОН» с обозначением анализируемых спектров; б – рентгеноспектральный микроанализ

Подготовка проб для исследования велась следующим образом. Гранула добавки была разделена пополам и покрыта напылением платиновой плёнки толщиной 300 ангстрем в месте разлома. После полного высыхания напыления образец был помещён на предметный столик в камеру образов под объектив микроскопа для микрофотографирования. Для получения чёткого изображения с помощью электрического привода перемещали зрительную трубу по высоте и в стороны, затем микрометрической фокусировкой наводили резкость, пока объект не был ясно отображён на экране компьютера.

Для получения пригодных для анализа изображений получали от 15 до 18 различных микрофотографий при разном увеличении, чтобы получить микроизображение объекта исследования при различном увеличении со всех сторон.

На рис. 2, а и 2, б представлена микрофотография волокон добавки «АРМИДОН». Переплетаясь между собой, волокна образуют пространственную структуру. Волокна имеют форму тонких пластинок и среднюю

длину 1,3 мм, средняя толщина и ширина отдельно взятого волокна по его длине различная. На основании статистической обработки результатов измерений получены усредненные значения параметров волокон для добавки «АРМИДОН»: длина волокна 1,3 мм, ширина 0,029 мм, толщина 0,008 мм.

Для определения структуры добавки был проведён рентгеноспектральный микроанализ частиц волокна целлюлозно-бумажной добавки «АРМИДОН».

Данный метод основан на детектировании характеристического рентгеновского излучения, генерируемого в зоне взаимодействия первичного пучка ускоренных электронов с образцом. Рентгеноспектральный микроанализ осуществляется с помощью спектрометра с дисперсией по энергии рентгеновских квантов [2]. С использованием данного метода был выполнен качественный и количественный (по списку элементов) рентгеновский микроанализ с указанием точек определения элементного состава (обозначены на рис. 4, а), результаты рентгеноспектрального микроанализа представлены на рис. 4, б.

Таблица 3

Количественные показатели определяемого образца

Спектр	Содержание элементов, масс. %					
	C	O	Al	Si	S	Ca
Спектр 1	82,22	7,09	0,73	1,28	5,10	3,58
Спектр 2	83,11	6,78	0,66	1,08	4,93	3,44
Спектр 3	81,89	7,51	0,84	1,27	4,98	3,51
Спектр 4	82,56	7,01	0,69	1,17	5,04	3,53
Спектр 5	81,79	7,47	0,83	1,31	5,01	3,59
Среднее	82,31	7,17	0,75	1,22	5,01	3,53

Рентгеноспектральный микроанализ позволил определить атомный состав анализируемого образца добавки в различных спектрах. Массовые доли элементов приведены в табл. 3. По приведённым данным можно сделать вывод, что распределение составляющих элементов неоднородно. На рис. 4, б приведён характерный спектр распределения элементов в образце, наличие колебаний обозначает присутствие химических элементов, а острота пиков – их количество.

Выводы

В результате микроанализа стабилизирующей добавки «АРМИДОН» были получены цифровые микрофотоснимки, с помощью которых были определены геометрические параметры волокна (длина 1,3 мм, ширина 0,029 мм, толщина 0,008 мм), характер взаимного расположения волокон в пространстве и их форма.

Для более полного анализа структуры стабилизирующей добавки был проведён рентгеноспектральный микроанализ её волокон в различных точках. С использованием данного метода было определено процентное содержание (по массе) химических элементов добавки. В результате исследования установлено, что распределение химических элементов в структуре неоднородно.

Были получены графические данные с определением рентгеновского спектра, что, в свою очередь, позволило определить наличие химических элементов: углерод (C) – 82,31%; кислород (O) – 7,17%; алюминий (Al) – 0,75%; кремний (Si) – 1,22%; сера (S) – 5,01%; кальций (Ca) – 3,53% в структуре целлюлозно-бумажных волокон стабилизирующей добавки «АРМИДОН».

Список литературы

1. ГОСТ 31015-2002. Смеси асфальтобетонные и асфальтобетоны щебеночно-мастичные. Технические условия. – 2003-05-01. – М.: МНТКС, 2003. – 32 с.
2. Жигжигов С.Б. «Применение растровой электронной микроскопии для исследования структуры материалов» // Методическое указание для студентов, магистров техниче-

ских и технологических специальностей 150100, 151005, 260200, 270100. – Улан-Удэ: Изд-во ВСГТУ, 2011. – 18 с.

3. Костин В.И. Щебеночно-мастичный асфальтобетон для дорожных покрытий. Учебное пособие по курсу «Новые технологии в дорожном строительстве» для студентов специальности 270205 – «Автомобильные дороги и аэродромы» и слушателей системы дополнительного профессионального образования». – Н. Новгород, издание ННГАСУ, 2009. – 65 с.

4. Пахомов И.А., Кудоманов М.В., Ястремский Д.А. Определение характеристики водонасыщения образцов со стабилизирующей добавкой «АРМИДОН» второго поколения // Современное состояние и перспективы развития технических наук. – Уфа: РИЦ БашГУ, 2014. – С. 61–64.

5. Пахомов И.А., Кудоманов М.В., Ястремский Д.А. Сравнение прочностных характеристик асфальтобетона с добавкой «Армидон» в виде гранул и волокон // Роль науки в развитии общества. – Уфа: РИО МЦИИ ОМЕГА САЙНС, 2014. – С. 29–32.

6. Руденский А.В. «Большой эффект дешевой крошки» // Автомобильные дороги. – 2011. – № 3. – С. 91–92.

7. Удовиченко С.Ю. Пучково-плазменные технологии для создания материалов и устройств микро-и наноэлектроники. Часть 2-я // Учебно-методическое пособие для студентов направления 011200.68 – Физика, магистерская программа «Физика наноструктур и наносистем». – Тюмень: Издательство ТГУ, 2014. – 72 с.

8. Ястремский Д.А., Абайдуллина Т.Н., Пахомов И.А. Изучение вида и типа стабилизирующих добавок в ЩМА смесях // Сборник материалов XV научно-практической конференции молодых учёных, аспирантов, соискателей и магистрантов. – ТюмГАСУ, 2015. – С. 213–218.

9. Ястремский Д.А., Абайдуллина Т.Н. Определение эффективности применения стабилизирующих добавок на целлюлозной основе в щебеночно-мастичных смесях // Сборник материалов международной научно-практической конференции. – В 3-х т. – Т. I. – Тюмень: РИО ФГБОУ ВО Тюменский индустриальный университет. – 2016. – С. 268–273.

10. Ястремский Д.А., Абайдуллина Т.Н., Чепур П.В. Проблема повышения долговечности асфальтобетонного покрытия и пути её решения // Современные наукоёмкие технологии. – 2016. – № 3–2. – С. 307–310.

References

1. GOST 31015-2002. Smesi asfaltobetonnye i asfaltobetonny shhebenочно-mastichnye. Tehnicheskie uslovija. 2003-05-01. M.: MNTKS, 2003. 32 p.
2. Zhigzhigov S.B. «Primenenie rastrovoy jelektronnoj mikroskopii dlja issledovaniya struktury materialov» // Metodicheskoe ukazanie dlja studentov, magistrrov tehnicheskih i tehnologicheskikh specialnostej 150100, 151005, 260200, 270100. Ulan-Udje: Izd-vo VSGTU, 2011. 18 p.

3. Kostin V.I. Shhebenochno-mastichnyj asfaltobeton dlja dorozhnyh pokrytij. Uchebnoe posobie po kursu «Novye tehnologii v dorozhnom stroitelstve» dlja studentov specialnosti 270205 «Avtomobilnye dorogi i ajerodromy» i slushatelej sistemy dopolnitelnogo professionalnogo obrazovanija». N. Novgorod, izdanie NNGASU, 2009. 65 p.
4. Pahomov I.A., Kudomanov M.V., Jastremskij D.A. Opredelenie harakteristiki vodonasyshhenija obrazcov so stabilizirujushhej dobavkoj «ARMIDON» vtorogo pokolenija // Sovremennoe sostojanie i perspektivy razvitiya tehniceskikh nauk. Ufa: RIC BashGU, 2014. pp. 61–64.
5. Pahomov I.A., Kudomanov M.V., Jastremskij D.A. Sravnenie prochnostnyh harakteristik asfaltobetona s dobavkoj «Armidon» v vide granul i volokon // Rol nauki v razvitii obshchestva. Ufa: RIO MCII OMEGA SAJNS, 2014. pp. 29–32.
6. Rudenskij A.V. «Bolshoj jeffekt deshevoj kroshki» // Avtomobilnye dorogi. 2011. no. 3. pp. 91–92.
7. Udovichenko S.Ju. Puchkovo-plazmennye tehnologii dlja sozdaniya materialov i ustrojstv mikro-i nanojelektroniki. Chast 2-ja // Uchebno-metodicheskoe posobie dlja studentov napravlenija 011200.68 Fizika, masterskaja programma «Fizika nanostruktur i nanosistem». Tjumen: Izdatelstvo TGU, 2014. 72 p.
8. Jastremskij D.A., Abajdullina T.N., Pahomov I.A. Izuchenie vida i tipa stabilizirujushhih dobavok v ShhMA smesjah // Sbornik materialov XV nauchno-prakticheskoy konferencii molodyh uchjonyh, aspirantov, soiskatelej i magistrantov. TjumbGASU, 2015. pp. 213–218.
9. Jastremskij D.A., Abajdullina T.N. Opredelenie jeffektivnosti primeneniya stabilizirujushhih dobavok na celljuloznoj osnove v shhebenochno-mastichnyh smesjah // Sbornik materialov mezhdunarodnoj nauchno-prakticheskoy konferencii. V 3-h t. T. I. Tjumen: RIO FGBOU VO Tjumenskij industrialnyj universitet. 2016. pp. 268–273.
10. Jastremskij D.A., Abajdullina T.N., Chepur P.V. Problema povysheniya dolgovechnosti asfaltobetonnoho pokrytija i puti ejo reshenija // Sovremennye naukojomkie tehnologii. 2016. no. 3–2. pp. 307–310.