

改性沥青中 SBS 改性剂含量检测 红外光谱法

Testing for SBS content in modified asphalt -- FTIR method

2020 - 07 - 22 发布

2020 - 08 - 01 实施

前 言

本标准按照 GB/T 1.1-2009 和 GB/T 20001.4-2015 给出的规则起草。

本标准由吉林省交通运输厅提出并归口。

本标准起草单位：吉林省交通科学研究所、吉林省高速公路集团有限公司。

本标准主要起草人：陈志国、秦卫军、于丽梅、王书娟、鲁亚义、张书林、田冰、姚冬冬、吕东治、史光绪、于浩、李爽。

改性沥青中 SBS 改性剂含量检测 红外光谱法

警告—使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本标准规定了采用红外光谱法检测改性沥青中SBS改性剂含量的术语和定义、原理、材料和仪器设备、试验环境条件要求、标定曲线、含量检测、结果判定和检测报告。

本标准适用于红外光谱法检测SBS改性沥青中SBS改性剂含量。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6040 红外光谱分析方法通则

GB/T 14666 分析化学术语

GB/T 21186 傅里叶变换红外光谱仪

3 术语和定义

GB/T 6040、GB/T 21186 和 GB/T 14666 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

SBS 含量 SBS content

SBS改性沥青中SBS改性剂质量占改性沥青（基质沥青、SBS改性剂和其他添加剂）总质量的百分比。

4 原理

根据 Lambert-Beer 定律，利用待测物质特征官能团在特定波长（波数）处的红外吸收强度与物质浓度的正比关系，进行改性沥青中 SBS 含量测定。

5 材料和仪器设备

5.1 材料

5.1.1 清洗剂。宜采用四氯化碳等有机溶剂，不得使用酒精等含水溶剂。

5.1.2 晶体片。溴化钾涂层。

5.1.3 其他。石棉垫、玻璃棒、棉签、酒精棉。

5.2 仪器设备

- 5.2.1 傅里叶变换红外光谱仪。应满足 GB/T 21186 要求，波数分辨率不应低于 0.5 cm^{-1} ，波数范围： $400\text{ cm}^{-1}\sim 4000\text{ cm}^{-1}$ 。
- 5.2.2 胶体磨。应采用高强度不锈钢动、静磨盘，最大转速不低于 9000 r/min ，生产能力不低于 2.5 L/h 。
- 5.2.3 烘箱。工作温度为室温 $\sim 200\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，控温精度为 $\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。
- 5.2.4 天平。1台最大感量 200 g ，精度 0.0001 g ；1台最大感量 1000 g ，精度 0.1 g 。
- 5.2.5 盛样容器。可加热的广口金属容器，容量 200 ml 、 1000 ml 各不少于 5 个。
- 5.2.6 加热炉具。可调温电炉，石棉垫不小于炉具上面积。
- 5.2.7 水银温度计。测温范围 $0\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 200\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，分度值不高于 $1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。
- 5.2.8 不锈钢刮刀。不锈钢钢片厚度 $0.15\text{ mm}\sim 0.3\text{ mm}$ ，宽度应与晶片宽度一致，加热不变形。

6 试验环境条件要求

- 6.1 温度。 $25\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 3\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。
- 6.2 湿度。 $\leq 50\%$ 。
- 6.3 应避免阳光直射傅里叶变换红外光谱仪，操作室应清洁。

7 标定曲线

7.1 SBS 改性沥青标样制作

7.1.1 标样 SBS 含量计算

采集制作标样的原料，标样中的基质沥青、SBS 改性剂及其他添加剂应与送检改性沥青试样一致。标样中 SBS 含量按式 (1) 计算。

$$C_{SBS} = \frac{m_{SBS}}{m_{SBS} + m_{BIT} + m_{ADD}} \times 100\% \quad (1)$$

式中：

C_{SBS} ——标样中 SBS 含量 (%)；

m_{SBS} ——标样中 SBS 质量 (g)；

m_{BIT} ——标样中基质沥青质量 (g)；

m_{ADD} ——标样中添加剂质量 (g)。

7.1.2 标样制作工艺

SBS 改性沥青标准样品应采用胶体磨 (5.2.2) 制作，制作过程中的所用的配方、发育时间、发育温度应与改性沥青实际生产工艺一致。

7.1.3 标样数量

不同 SBS 含量的标样应不少于 5 个，每个不宜低于 2L，SBS 最大含量不宜超过 7%，宜按 2%、3%、4%、5%、6% 进行标样制作。

7.2 标样测定

7.2.1 标样处理

7.2.1.1 将标样在恒温烘箱（5.2.3）中加热至 140 ℃~160 ℃，标样呈均匀流动、粘稠液体状。

7.2.1.2 用玻璃棒充分搅拌均匀后，将加热的刮刀插入沥青中约 1 cm ~2 cm，沾取沥青后涂到 ZnSe 晶片上。

7.2.1.3 应将沥青均匀涂满晶片，厚度约 0.1 mm，冷却后进行样品测试。

7.2.2 标样检测

7.2.2.1 分别测量吸收峰 966 cm^{-1} 、1377 cm^{-1} 的峰面积 S_{966} 、 S_{1377} ，按式（2）计算 A 值。

$$A = \frac{S_{966}}{S_{1377}} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

A ——吸收峰 966 cm^{-1} 、1377 cm^{-1} 的峰面积比值；

S_{966} —— 966 cm^{-1} 吸收峰的峰面积；

S_{1377} —— 1377 cm^{-1} 吸收峰的峰面积。

7.2.3 平均值计算

按式（3）计算 A_s 。

$$A_s = \frac{\sum_{i=1}^n A_i}{n} \dots\dots\dots (3)$$

式中：

A_s ——标准 A 值，即标样经平行检测得到 A 的算术平均值；

A_i ——第 i 次检测标样得到的 A 值；

n ——平行检测次数， n 不小于 5。

7.2.4 计算偏差

A_s 与 A_i 相对偏差不超过 5%，若 A_s 与 A_i 相对偏差超过 5%，则重新检测或增加检测次数。

7.3 标定曲线绘制

7.3.1 采用有效的标样数据，宜采用最小二乘法建立 A_s 与改性剂掺量 C_{SBS} 之间的线性关系方程式，相关系数 $R^2 \geq 0.99$ 。

7.3.2 当基质沥青或 SBS 改性沥青配方发生变化时，应重新制作标定曲线，标定曲线样例参见附录 A。

8 含量检测

8.1 现场取样

8.1.1 应在交货地现场取样。

8.1.2 在不能搅拌的贮罐（流体或经加热可变成流体）中取样时，应先关闭进料阀和出料阀，然后用取样器按液面高的上、中、下（距罐底不得小于液面高的六分之一）位置，等量各取 1 L~2 L，充分混合后供取样。

8.1.3 罐车应从取样阀或顶盖处取样：

- a) 从取样阀取样至少应先放掉 4 L 沥青后取样；
- b) 从顶盖处取样时，用取样器由该容器中部取样。

8.1.4 常规检验沥青样品取样量不小于 2 L，从贮存罐内取样不小 4 L。

8.1.5 盛样器应为洁净干燥并具有密封盖的金属容器。

8.1.6 取样后应立即拧紧密封盖，在盛样器上标出识别标记。

8.2 SBS 改性剂含量检测

8.2.1 试样红外光谱检测

8.2.1.1 测试方法同 7.2.1 和 7.2.2。

8.2.1.2 分别测量吸收峰 966 cm^{-1} 、 1377 cm^{-1} 的峰面积 S_{966} 、 S_{1377} ，按式（3）计算 A_s 值。

8.2.1.3 应测试 5 次取平均值 A_s ，任意 1 次测试结果与平均值相对偏差超过 5% 时应相应增加测试次数。

8.2.2 试样中 SBS 含量分析

将试样 A_s 代入到标定曲线拟合方程式中，计算出 C_{SBS} 值，即为试样中 SBS 含量（wt%），精确至 0.01%。

9 结果判定

9.1 重复性限

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的相对误差不超过 5%。

9.2 SBS 改性沥青检测结果判定

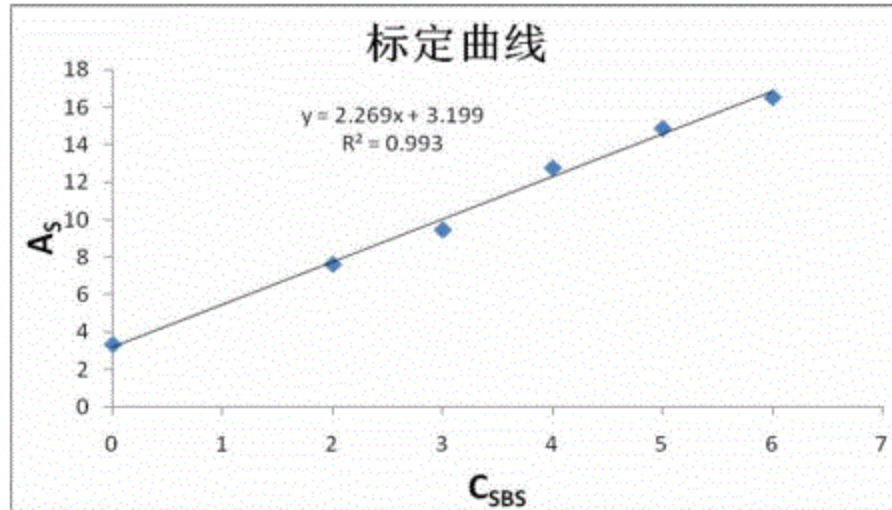
SBS 含量检测结果与设计值偏差不大于设计值的 $\pm 2\%$ 。

10 检测报告

检测报告样式参见附录 B。

附录 A
(资料性附录)
SBS 改性沥青标定曲线样图

SBS 改性沥青标定曲线见图 A.1。



图A.1 SBS 含量与 A_s 建立的标定曲线

附录 B
(资料性附录)
检测报告样式

B.1 报告封面

检测报告

报告编号: _____

试样名称: _____

项目单位: _____

检验类别: SBS 改性剂含量检测

检测单位: _____

检测日期: XXXX年XX月XX日

B.2 报告页

表B.1 检测报告式样

项目名称		试验室名称	
试样编号		试样名称	
到场时间		进场数量 (吨)	
检测项目	SBS 改性剂含量检测	运输车牌号	
测试人员		样品产地	
审核人员		监理人员	
检测仪器		检测依据	
<p>检测结果:</p> <p>试样中 SBS 改性剂含量代表值为 xx%。</p>			
<p>红外光谱附图/标定曲线附图:</p> <p style="text-align: right;">签发日期: xxxx 年 xx 月 xx 日</p>			
检测环境	温度: ℃	湿度: %	
<p>说明: 1、本报告任何涂改增删无效; 2、沥青样品信息由检测人员录入, 并对其真实性负责; 3、若对报告有异议, 请于报告发出之日起 15 日内提出, 逾期不予受理;</p>			