

公路沥青红外光谱快速检测试验规程

Specification for rapid infrared spectrum detection of highway
asphalt

2021-12-25 发布

2022-01-25 实施

目 次

前言 II

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

4 仪器与材料技术要求 2

5 标准样品光谱采集 2

 5.1 标准样品准备 2

 5.2 标准样品光谱采集 2

6 待测样品光谱采集 3

 6.1 待测样品制备 3

 6.2 准备工作 3

 6.3 试验步骤 3

7 质量评定 3

 7.1 向量夹角 4

 7.2 标准样品向量夹角值计算 4

 7.3 待测样品向量夹角值计算 4

 7.4 一致性比对 4

 7.5 抽样复检 4

8 检测报告 4

附录 A（规范性） 检测报告样式..... 5

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件由内蒙古自治区交通运输厅归口。

本文件起草单位：内蒙古自治区交通运输科学发展研究院、鄂尔多斯市交通运输工程质量鉴定监测服务中心、交通运输部科学研究院、西派特（北京）科技有限公司、交科院检测技术（北京）有限公司。

本文件主要起草人：王振华、李喆、张勇、张洪伟、赵蔚、胡爱琴、王震、陈勇智、郭万军、胡晓翔、袁芳、马鸣谷、常智慧、忻欣、李霞、任瑞、乔志文、桂启涛、刘中宇、朱洁、张永升、王瑞瑞、江伟。

公路沥青红外光谱快速检测试验规程

1 范围

本文件规定了公路基质沥青及SBS改性沥青红外光谱快速检测的仪器设备、样品光谱采集和质量评定等。本文件适用于各等级公路基质沥青和SBS改性沥青质量的快速检测，市政道路可参照执行。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 21186 傅立叶变换红外光谱仪

JTG E20 公路工程沥青及沥青混合料试验规程

3 术语和定义

GB/T 6040界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

衰减全反射 attenuated total reflection (ATR)

红外光束以大于临界角的角度入射到紧贴在样品表面的高折射指数晶体中，由于样品折光指数低于晶体，发生全反射。在全反射传播过程中，红外光束只进入样品极浅的表层，其中某些频率被样品吸收。通过收集从高折射指数晶体的出射光束，经过色散获得样品的衰减全反射红外光谱。

[来源：GB/T 6040-2019, 3.15]

3.2

标准样品 standard sample

用来作为标准比对且技术性能指标已知的样品。

3.3

待测样品 sample to be tested

技术性能指标未知且需进行检测的样品。

3.4

吸光度 absorbance

入射光强度与光透射光强度比值的以10为底的对数。

[来源: GB/T 6040-2019, 3.2]

4 仪器与材料技术要求

4.1 傅里叶变换红外光谱仪: 光谱范围包含 $650\text{ cm}^{-1}\sim 4000\text{ cm}^{-1}$, 分辨率不小于 4 cm^{-1} , 光谱测量方式为衰减全反射(ATR), 其他要求符合 GB/T 21186 的相关规定。

4.2 恒温烘箱: 能控制温度不低于 $200\text{ }^{\circ}\text{C}$, 控温的精度为 $1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

4.3 水银温度计: 测温范围 $0\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 300\text{ }^{\circ}\text{C}$, 分度值 $1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

4.4 烧杯: $50\text{ ml}\sim 100\text{ ml}$ 。

4.5 三氯乙烯: 分析纯。

4.6 带盖密封金属容器。

4.7 圆头玻璃棒。

4.8 脱脂棉。

5 标准样品光谱采集

5.1 标准样品准备

5.1.1 选取 3 个标准样品, 按照 JTG E20 试验方法对标准样品性能指标进行检测, 确保标准样品性能指标满足技术要求。

5.1.2 性能指标检测完成后, 3 个标准样品分别取 $50\text{ g}\sim 100\text{ g}$ 倒入 3 个带盖密封金属容器中。

5.1.3 将带盖密封金属容器放入烘箱中, 基质沥青加热至 $135\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$, SBS 改性沥青加热至 $160\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

5.2 标准样品光谱采集

5.2.1 开启傅里叶变换红外光谱仪, 预热稳定 30 min 。设置采集参数: 波数范围为 $650\text{ cm}^{-1}\sim 4000\text{ cm}^{-1}$; 分辨率为 4 cm^{-1} ; 扫描次数为 32 次; 装样次数为 3 次。

5.2.2 使用脱脂棉蘸取三氯乙烯清洗 ATR 晶体表面, 直至蘸有三氯乙烯的脱脂棉上面没有杂质, 脱脂棉洁白。

5.2.3 从烘箱内取出 1 个标准样品, 圆头玻璃棒蘸取少量标准样品, 涂覆在 ATR 晶体表面上, 确保标准样品与 ATR 晶体表面紧密贴合。

5.2.4 采集标准样品红外光谱图。

5.2.5 重复上述 5.2.2~5.2.4 步骤采集红外光谱, 直至达到设置的 3 次装样次数。光谱测量完毕, 检查重复采集光谱的光谱标准偏差, 在光谱区间 $690\text{ cm}^{-1}\sim 2000\text{ cm}^{-1}$ 、 $2400\text{ cm}^{-1}\sim 3500\text{ cm}^{-1}$, 三张光谱的标准偏差均不超过 0.005; 如超过 0.005, 则重新进行光谱采集。光谱标准偏差用下式 (1) 计算。

$$\delta_{A_j} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (A_{ij} - \bar{A}_j)^2}{n-1}} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

δ_{A_j} ——第 j 个波长的吸光度标准偏差;

A_{ij} ——第 i 张光谱第 j 个波长处的吸光度值;

$\bar{A}_j$ —— n 张光谱第 j 个波长处吸光度的平均值;

N ——重复测量次数。

5.2.6 重复上述 5.2.3~5.2.5 步骤采集另外 2 个标准样品的红外光谱。

6 待测样品光谱采集

6.1 待测样品制备

按照 JTG E20 (T0601) 沥青取样法准备待测样品, 将装有试样的盛样容器带盖放入恒温烘箱, 加热至沥青全部熔化, 使用洁净玻璃棒将盛样容器中样品搅拌均匀后, 将样品 50 g~100 g 倒入带盖密封金属容器中作为待测样品备用。

6.2 准备工作

6.2.1 开启傅里叶变换红外光谱仪, 预热稳定 30 min。

6.2.2 设置采集参数: 波数范围为 650 cm^{-1} ~ 4000 cm^{-1} ; 分辨率为 4 cm^{-1} ; 扫描次数为 32 次、装样次数为 3 次。

6.2.3 将待测样品放入烘箱加热, 基质沥青加热至 $135\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$, SBS 改性沥青加热至 $160\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

6.2.4 用脱脂棉蘸取三氯乙烯清洗 ATR 晶体表面, 直至蘸有三氯乙烯的脱脂棉上面没有杂质, 脱脂棉洁白。

6.3 试验步骤

6.3.1 从烘箱中取出待测样品, 用圆头玻璃棒蘸取少量待测样品, 涂覆在 ATR 晶体表面上, 确保标准样品与 ATR 晶体表面紧密贴合。

6.3.2 采集待测样品红外光谱。

6.3.3 使用脱脂棉蘸取三氯乙烯清洗 ATR 晶体表面, 直至蘸有三氯乙烯的脱脂棉上面没有杂质, 脱脂棉洁白。

6.3.4 重复上述 6.3.1~6.3.3 步骤采集红外光谱, 直至达到设置的 3 次装样次数。光谱测量完毕, 检查重复采集光谱的光谱标准偏差, 在光谱区间 690 cm^{-1} ~ 2000 cm^{-1} 、 2400 cm^{-1} ~ 3500 cm^{-1} , 3 张光谱的标准偏差均不超过 0.005, 如超过 0.005, 则重新进行光谱采集。

7 质量评定

7.1 向量夹角

向量 v 与由多个向量张成的空间 u 之间的最小角定义为向量夹角 θ ，如下式（2）所示。

$$\cos \theta = \max_{u \in N} \frac{v^T u}{\|v\|_2 \|u\|_2} \dots\dots\dots (2)$$

式中：
 $\cos \theta$ ——向量夹角余弦值；
 θ ——向量夹角值， $0 \leq \theta \leq \pi/2$ ；
 V ——向量；
 U ——向量空间。

7.2 标准样品向量夹角值计算

在光谱区间 $695\text{ cm}^{-1} \sim 1635\text{ cm}^{-1}$ 、 $2600\text{ cm}^{-1} \sim 3150\text{ cm}^{-1}$ ，分别计算一个样品的红外光谱与另外两个样品的红外光谱构成的向量空间的向量夹角值，得到三个向量夹角值，取最大值作为标准样品向量夹角值，用 $\theta_{\text{标准}}$ 表示。

7.3 待测样品向量夹角值计算

在光谱区间 $695\text{ cm}^{-1} \sim 1635\text{ cm}^{-1}$ 、 $2600\text{ cm}^{-1} \sim 3150\text{ cm}^{-1}$ ，将待测样品的红外光谱与三个标准样品的红外光谱构成的向量空间进行向量夹角值计算，得到待测样品向量夹角值，用 $\theta_{\text{待测}}$ 表示。

7.4 一致性比对

$\theta_{\text{待测}} / \theta_{\text{标准}} \leq 1.5$ 时，判定待测样品与标准样品一致，可以使用； $\theta_{\text{待测}} / \theta_{\text{标准}} > 1.5$ 时，判定待测样品与标准样品一致性存疑，应按照JTG E20方法对待测样品性能指标进行试验检测。若待测样品性能指标满足要求则可以使用，否则应予以舍弃。

7.5 抽样复检

抽取与标准样品比对一致待测样品按照JTG E20方法对待测样品进行性能指标试验检测，抽取数量为总数的10%，且不少于3个。如待测样品中有不满足要求的样品时，应领取双倍数量待测样品进行性能指标试验；如仍有不满足要求的样品，则应按照JTG E20方法对待测样品逐一进行性能指标试验检测。

8 检测报告

检测报告样式按照附录A。

附 录 A
(规范性)
检测报告样式

公路沥青红外光谱快速检测报告见表A. 1。

表A. 1 公路沥青红外光谱快速检测报告

试验室名称：

报告编号：

委托/施工单位				委托编号		
工程名称				样品种类		
工程部位/用途				检测环境		
检测设备				检测依据		
样品编号	到场时间	到场数量	向量夹角值	技术要求	一致性比对结果	
XX1 红外光谱比对附图：						
XX2 红外光谱比对附图：						
XX3 红外光谱比对附图：						
备注：						

试验： 审核： 签发： 日期： 年 月 日 （专用章）
