

DB61

陕 西 省 地 方 标 准

DB 61/T 1286—2019

改性沥青中 SBS 掺量测试 滴定法

Detection of SBS content in modified asphalt Titration

2019 – 11 – 27 发布

2019 – 12 – 27 实施

陕西省市场监督管理局

发 布

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 标样制备..... 2

5 掺量测试..... 2

6 待测样品滴定..... 5

附录 A（规范性附录） 检测报告..... 7

前 言

本标准按照GB/T 1.1—2009给出的规则起草。

本标准由陕西省交通运输厅提出并归口。

本标准起草单位：陕西省交通运输工程质量监测鉴定站、陕西高速机械化工程有限公司、长安大学。

本标准主要起草人：王天林、李剑平、王立路、高莉、成高立、李炜光、宋家乐、张建利、乌磊、国洋。

本标准由长安大学负责解释。

本标准首次发布。

联系信息如下：

单位：长安大学

电话：029-62390551

地址：陕西省西安市碑林区南二环路中段

邮编：710064

改性沥青中 SBS 掺量测试 滴定法

1 范围

本标准规定了改性沥青中SBS掺量测试方法。
本标准适用于路用改性沥青SBS掺量的测试。

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 601 化学试剂标准滴定溶液的制备

GB/T 9725 化学试剂电位滴定法通则

JTG E20 公路工程沥青及沥青混合料试验规程

JTG F40 公路沥青路面施工技术规范

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

SBS改性沥青标准样品 SBS modified asphalt type sample

参考SBS改性沥青制作工艺制备的SBS改性剂掺量准确已知的SBS改性沥青样品，用于检测仪器的标定和检测方法的验证。

3.2

SBS检测化学滴定法 SBS detection of chemical titration

采用硫代硫酸钠溶液滴加到待测SBS改性沥青样品中，直到化学反应完全时为止，根据耗用化学试剂剂量及浓度，确定待测样品SBS改性剂掺量。

3.3

不饱和度A值 unsaturation A value

改性沥青中SBS分子结构中聚丁二烯部分的非共轭碳碳双键的含量。

4 标样制备

4.1 原材料

4.1.1 原材料包括改性剂 150g、稳定剂 100g、相容剂 100g、基质沥青不少于 2500g。

4.1.2 样品应标明生产厂家、批号、生产时间及其所用的工程路段。

4.2 设备仪器

设备仪器具体内容如下：

- a) 转速可调的高速剪切乳化机（转速 100rad/min~10000rad/min），1 台；
- b) 可调温加热电炉，1 台；
- c) 电子天平：量程 200g，感量 0.0001g，1 台；量程 1000g，感量 0.01g，1 台；
- d) 玻璃棒：若干；
- e) 温度计：0℃~300℃，1 支；
- f) 其他设备：石棉网、烧杯等。

4.3 要求

4.3.1 标准样品与实际使用材料相同。

4.3.2 制作标准样品时，基质沥青、稳定剂、相容剂和其它添加剂的计量精确到 0.01g。

4.3.3 分别制作 SBS 改性剂掺量（ C_{SBS} ）为 2.0%、3.0%、4.0%、5.0%、6.0%共 5 个标准样品，每个标准样品不少于 500g。采用母体法制作标样时，SBS 改性沥青母体宜现制现用，不应超过 72 小时。

4.4 制备步骤

4.4.1 称量基质沥青 500.00g，加热并保持温度在 160℃~180℃，用高速剪切设备以 2000r/min 剪切 5min。

4.4.2 依次称取基质沥青质量的 2.0%、3.0%、4.0%、5.0%、6.0%依次称取 SBS 改性剂样品（允许误差 $\pm 0.01g$ ），加入基质沥青中，按照 SBS 改性沥青制备方式加工，粒径不应超过 8 微米。

4.4.3 温度 170℃发育 4h，每组取 3 个样品，分别取 $1.0000g \pm 0.0010g$ 。

5 掺量测试

5.1 仪器及试剂

5.1.1 仪器

所需仪器见表1。

表 1 所需仪器

序号	仪器名称	规格要求
1	SBS 掺量滴定仪	溶液酸碱度测试范围：0~14.00pH
		电位范围：-1999mV~+1999mV
		容量分析重复性不大于 0.3%F·S
2	测试电极	铂电极 213 型，甘汞电极 232 型
3	恒温烘箱	工作温度（室温~250℃），控温精度为±2℃
4	振荡仪	水平恒温振荡，调速 0~300 次/min，振荡幅度 20mm，一个
5	酸式滴定管	25ml，精度 0.1ml，一支
6	碘量瓶	250ml，若干
7	磁力搅拌子	型号 C20，一个
8	天平	最大称量 200g、感量 0.0001g，一台；最大称量 1000g、感量 0.1g，一台
9	水银温度计	测温范围 0℃~200℃或 0℃~300℃，分度值 2℃，一个
10	移液管	25ml 大肚型，一支
11	量筒	250ml、50ml、10ml 各一支
12	其它仪器	滴管、玻璃棒、电子万用炉、恒温水浴

5.1.2 化学试剂

所需化学试剂见表2所示。

表 2 所需化学试剂

序号	试剂名称	规格技术要求
1	无水硫代硫酸钠	水溶液
2	碘化钾	分析纯
3	一氯化碘	分析纯
4	冰乙酸	分析纯
5	水	蒸馏水
6	三氯甲烷	分析纯

5.1.3 试剂配制

试剂配制要求如下：

- 实验所用试剂的配制应符合 GB/T 601《化学试剂标准滴定溶液的制备》的规定；
- 硫代硫酸钠（Na₂S₂O₃）标准溶液（0.1mol/L）：称取 16g（允许误差±0.2g）无水硫代硫酸钠，溶于 1000ml 蒸馏水中，煮沸 10min，冷却放置两周后过滤备用；
- 碘化钾溶液（100g/L）：称取 10.00g 碘化钾溶于 100ml 蒸馏水中，储于棕色小口试剂瓶中，使用前摇匀；
- 韦氏试剂：称取一氯化碘 25.00g 溶于 1500ml 冰乙酸中，储于棕色试剂瓶内，配置成 I/C1（冰乙酸）之比在 1.10±0.1 的范围内的韦氏试剂。

5.2 滴定步骤

5.2.1 滴定过程应符合 GB/T 9725 的规定。

- 5.2.2 将样品依次置于洁净碘量瓶中。
- 5.2.3 待样品冷却至室温后，加入 40mL 三氯甲烷，振荡 3min~5min 直至无块状物。
- 5.2.4 用移液管加入 25mL 韦氏试剂，盖上塞子，摇动使其混合均匀后置于 25℃ 恒温水浴，水封后避光静置 2h±5min。
- 5.2.5 设置 SBS 掺量滴定仪终点电压为-230mV，电磁阀自动滴加最小分度值为 0.05mL，用硫代硫酸钠滴定液润洗滴定管。
- 5.2.6 取出碘量瓶，加入 10mL 的 100g/L 碘化钾溶液，水封后置于振荡仪晃动 5min。
- 5.2.7 用少量蒸馏水冲洗瓶塞和瓶口，加蒸馏水至 180mL，放入磁力搅拌子，置于 SBS 掺量滴定仪上开始搅拌，5min 内用硫代硫酸钠标准滴定液对样品进行滴定，当试样颜色由褐色变为无色且稳定，记录滴定溶液的消耗体积，采用三次平行实验的平均值为 V_1 ，相对偏差不得超过 5%。
- 5.2.8 按照上述步骤做未加沥青的滴定试验，记录消耗的滴定溶液的体积，采用三次平行实验的平均值为 V_0 ，相对偏差不得超过 5%。

5.3 数据处理

5.3.1 不饱和度 A

不饱和度 A ，采用公式 (1) 计算：

$$A = \frac{(V_0 - V_1) \times C \times 12.69}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- A —— 不饱和度，g 碘/100g 试样；
- C —— 硫代硫酸钠标准滴定溶液的浓度， $C=0.1 \text{ mol/L}$ ；
- m —— SBS 改性沥青标样质量 (g)。

5.3.2 标准曲线的建立

根据不同 SBS 改性剂掺量的标准样品的不饱和度 A 值与相对应的 SBS 百分含量作图，以 C_{SBS} 为横坐标，对应的 A 为纵坐标，绘制对应不同 SBS 改性剂掺量的坐标点 (C_{SBS} , A)，参照图 1 绘制标准曲线。基于最小二乘法进行线性拟合，得到线性回归方程即式 (2)，以此为基准计算待测 SBS 改性沥青的改性剂掺量。回归公式线性相关系数应大于 0.99。

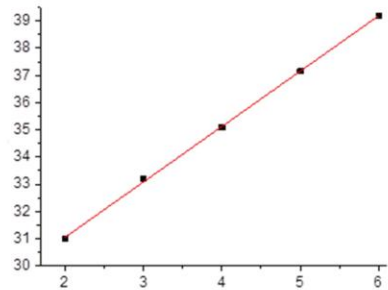


图 1 标准曲线样图

基于最小二乘法进行线性拟合，得到线性回归方程，采用公式 (2) 计算：

$$A = K \times C_{SBS} + B \dots\dots\dots (2)$$

式中：

K ——回归直线斜率;
 C_{SBS} ——改性剂掺量;
 B ——回归标准曲线和横坐标截距, 常数。

6 待测样品滴定

6.1 取样

按照 (JTG E20) T0601方法取样, 质量为2000.00g。

6.2 滴定

按照5.2的步骤进行。

6.3 SBS 掺量计算

将样品测试得到的 A 值采用公式 (3) 计算, 计算对应 C_{SBS} 值, 即为试样中SBS改性剂掺量 C_{SBS} , 结果保留2位小数。

$$C_{SBS} = \frac{A - B}{K} \dots\dots\dots (3)$$

式中:
 C_{SBS} ——改性剂掺量;
 B ——回归标准曲线和纵坐标交点, 常数;
 K ——回归直线斜率。

6.4 检测报告

按附录A的格式做好检测报告。

附 录 A
(规范性附录)
检测报告

表 A.1 检测报告

检测报告			
报告编号		报告第 页，共 页	
委托单位		工程/项目名称	
试样编号			
检测项目			
收样日期		检测日期	
分析检测结果： 经检测，该试样的 SBS 改性剂掺量为 %。			
(盖章) 签发日期： 年 月 日			
备注			
校核人		检测人	