

红外光谱法快速检测道路石油沥青品质技术规程

Technical specification of FTIR method for the road petroleum asphalt quality
rapid detection

2021 – 09 – 14 发布

2021 – 12 – 14 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..... 2

5 试验步骤..... 2

附 录 A （规范性） 沥青红外标准谱图的采集与纳入方法..... 4

附 录 B （资料性） 检测原始记录表样式..... 5

附 录 C （资料性） 检测报告样式..... 7

附 录 D （资料性） 试验样品红外谱图与沥青红外标准谱图比对图样图..... 10

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。

本文件由山西省交通运输厅提出并监督实施。

本文件由山西省交通运输标准化技术委员会（SXS/TC37）归口。

本文件起草单位：山西省交通建设工程质量检测中心（有限公司）。

本文件主要起草人：杨喜英、裴强、陈梦、刘鹏飞、胡国鹏、史文秀、徐晓波、夏静萍、张俊生。

红外光谱法快速检测道路石油沥青品质 技术规程

1 范围

本文件规定了红外光谱法快速检测道路石油沥青品质的术语和定义、仪具与材料、试验步骤等要求。本文件适用于红外光谱法快速检测道路石油沥青品质。

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。

JTG E20 公路工程沥青及沥青混合料试验规程

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

沥青薄膜试样

将沥青样品均匀涂抹覆盖 ZnSn 晶体板制样器，待样品冷却到室温后形成一定厚度的沥青薄膜。

3.2

平均谱图

同一样品的三组沥青红外光谱图通过分析计算得到的平均值形成的谱图。

3.3

标准沥青样品

具有特定品牌、型号、油源等信息的均匀、有确定特征红外光谱图的道路石油沥青材料，是用来检测沥青样品品质的“参照物”。

3.4

沥青红外标准谱图

标准沥青样品的平均谱图即为沥青红外标准谱图。

3.5

沥青红外标准谱图库

由国内外不同品牌、型号的沥青红外标准谱图组成的集合。

3.6

相关性系数

任意两组谱图在一定的波数范围内峰位、峰形、峰面积比较的相似度。

3.7

全谱图

利用傅里叶变换衰减全反射红外光谱仪在采集数据的波数范围内得到的沥青红外光谱图。

3.8

特征区

红外光谱中，波数范围为 4000cm^{-1} ~ 1350cm^{-1} 的区域。

3.9

指纹区

红外光谱中，波数范围为 1350cm^{-1} ~ 650cm^{-1} 的区域。

4 仪器与材料

4.1 仪器

4.1.1 傅里叶变换红外光谱仪、ATR 附件：分辨率不低于 4cm^{-1} ，波数范围 4000cm^{-1} ~ 650cm^{-1} ，增益值为 1，空光路干涉峰最大值为：5.0~9.8，放置 ZnSe 晶体板制样器后干涉峰最大值为 0.7~1.1，仪器内部扫描次数为 32 次，扫描时自动扣除大气背景。

4.1.2 盛样容器：密封带盖的广口金属容器，容量不小于 1000mL。

4.1.3 制样刮刀：刀片宽度为 50mm，带有木制手柄。

4.1.4 电子天平：量程 0~10kg，精度 0.1kg。

4.1.5 温度计：量程 0~200℃，精度 1℃。

4.1.6 数显游标卡尺：量程 0~20cm，精度 0.01mm。

4.1.7 其它仪器：电炉、镊子、滴管等。

4.2 材料

4.2.1 无水煤油：分析纯。

4.2.2 其它材料：医用脱脂棉等。

5 试验步骤

5.1 试验环境

傅里叶变换红外光谱仪工作环境为温度 16°C ~ 25°C ，相对湿度 $\leq 50\%$ ，清洁无尘，无震动、无电磁干扰、无腐蚀性气体，且仪器不被日光直射。

5.2 试样检测方法

5.2.1 试样的制备：

a) 将 ZnSe 晶体板制样器用蘸取无水煤油的脱脂棉小心清洁擦拭后，待溶剂挥发完全备用；

b) 加热制样刮刀到 120°C 左右，将其插入盛样容器，利用刮刀温度瞬间加热与它接触的局部沥青样品至粘稠液体时，小心移取刮刀至 ZnSe 晶体板制样器上，将刮刀熔取的沥青样品均匀涂抹覆盖 ZnSe 晶体板制样器，待沥青冷却到室温后形成厚度约 1mm 的沥青薄膜试样。

5.2.2 试样红外光谱图采集：

a) 调整傅里叶变换红外光谱仪状态至稳定，设置光学台参数至规定值，扫描的范围为 4000cm^{-1} ~ 650cm^{-1} ，扫描次数 32 次，分辨率为 4cm^{-1} 。采用衰减全反射 (ATR) 附件 ZnSe 晶体板制样器，利用红外光谱仪多次反射采集背景，待背景谱图稳定后采集沥青薄膜试样的红外光谱图。

b) 一个沥青样品共制样 3 次进行平行试验，采集 3 次红外光谱图。

c) 沥青样品红外光谱图采用处理软件进行分析，将沥青样品的 3 组红外光谱图扣除背景后进行定性分析、计算，得到沥青样品的平均谱图。

5.2.3 试样红外光谱图分析及结果判定：

- a) 从沥青红外标准谱图库中调取该品牌、型号的沥青红外标准谱图，将沥青样品平均谱图和红外标准谱图进行全谱图峰位、峰形和峰面积分析。
- b) 若仪器软件中无自带沥青红外标准谱图，则参照附录 A 进行沥青红外标准谱图的建立与纳入。
- c) 在全谱波数 $4000\text{cm}^{-1}\sim 650\text{cm}^{-1}$ 、特征区 $4000\text{cm}^{-1}\sim 1350\text{cm}^{-1}$ 、指纹区 $1350\text{cm}^{-1}\sim 650\text{cm}^{-1}$ 范围内进行高灵敏度谱图比对，相关性系数均 $\geq 99.00\%$ 即可认为待测样品平均谱图与红外标准谱图相符。

5.2.4 检测记录和报告：

按附录 B 填写检测原始记录表，按附录 C 填写检测报告，检测报告中附图可参照附录 D 样图绘制。

附录 A

(规范性)

沥青红外标准谱图的采集与纳入方法

当沥青红外标准谱图库中缺少被检沥青样品的红外标准谱图时，可按照本方法建立红外标准谱图。

A.1 试验环境

同 5.1。

A.2 仪器参数

同 4.1。

A.3 标准沥青样品的取样方法

在道路石油沥青标准样品取样地由供需双方人员按照《公路工程沥青及沥青混合料试验规程》JTG E20 沥青取样法 (T0601) 共同取样，采用 4 个洁净、完好的盛样容器存放，取样后双方在密封条上签字盖章，沥青取样总量不少于 4kg。标准沥青样品存放在阴凉干净处，注意防止样品污染。

A.4 标准沥青样品试样的制备

同 5.2.1。

A.5 标准沥青样品红外光谱图采集

a) 调整傅里叶变换红外光谱仪状态至稳定，设置光学台参数至规定值，扫描的范围为 4000cm^{-1} ~ 650cm^{-1} ，扫描次数 32 次，分辨率为 4cm^{-1} 。采用衰减全反射 (ATR) 附件 ZnSe 晶体板制样器，利用红外光谱仪多次反射采集背景，待背景谱图稳定后采集标准沥青样品薄膜试样的红外光谱图。

b) 一个标准沥青样品共制样 3 次进行平行试验，采集 3 次红外光谱图，3 组红外光谱图应满足相关性系数 $\geq 99.00\%$ ，标准偏差 $\leq 0.50\%$ 。

c) 标准沥青样品的红外光谱图采用处理软件进行分析，将 3 组标准沥青样品的红外光谱图扣除背景后进行定性分析、计算，得到标准沥青样品的平均谱图，即为该品牌沥青的红外标准谱图。

A.6 标准谱图的纳入

选择沥青红外标准谱图在波数 2050cm^{-1} ~ 1950cm^{-1} 范围进行噪声测量，测量结果用峰-峰噪声或均方根 (RMS) 噪声表示，若二者数值在仪器噪声范围内，即可将上述品牌沥青红外标准谱图纳入沥青红外标准谱图库，对工程应用中的沥青进行比对检测其品质。

A.7 检测记录

沥青样品的制备和检测应按附录 B 记录。

附 录 B
(资料性)
检测原始记录表样式

表 B.1 标准沥青样品检测原始记录表样式

试验编号		样品编号	
标准样品品牌、型号		收样日期	
样品描述		试验日期	
试验环境		检测依据	
主要仪器设备			
仪器主要 工作参数			
谱图采集分析			

表 B. 2 试验样品检测原始记录表样式

试验编号		样品编号	
试样名称		抽样车牌号	
样品描述		收样日期	
试验环境		试验日期	
检测依据			
主要仪器设备			
仪器主要 工作参数			
谱图采集分析	(试验样品红外谱图与沥青红外标准谱图比对图)		
相关性系数 (%)	波数范围 (cm ⁻¹)		
	4000~650	4000~1350	1350~650

附录 C
(资料性)
检测报告样式
表 C.1 检测报告样式

报告编号：

检测报告

产品名称：_____

委托单位：_____

检测类别：_____

XXXXXXXXXX(检测单位)
报告日期： 年 月 日

表 C.1 检测报告样式（续）

xxxxxxxxxx (检测单位)

检 测 报 告

报告编号：

第 页 共 页

产品名称		样品品牌	
工程名称		产品号	
生产单位		抽样车牌号	
委托单位		样品数量	
规格型号		样品编号	
检测类别		见证人	
检测项目		委托人	
样品描述		委托日期	年 月 日
检测依据			
主 要 仪器设备			
检 测 结 论			
试验环境	温度： 湿度：		
批准人	年 月 日	审核人	年 月 日
主检人	年 月 日		
备 注			
报 告		校 对	打印日期 年 月 日

表 C.1 检测报告样式（续）

XXXXXXXXXX (检测单位)

沥青品质快速检测报告

报告编号：第 页 共 页

沥青样品红外谱图测试分析	
图 1 沥青红外标准谱图 图 2 试验样品红外谱图 图 3 试验样品红外谱图与沥青红外标准谱图比对图	
测试分析	
咨询意见	
检测结论	

附录 D
(资料性)

试验样品红外谱图与沥青红外标准谱图比对图样图

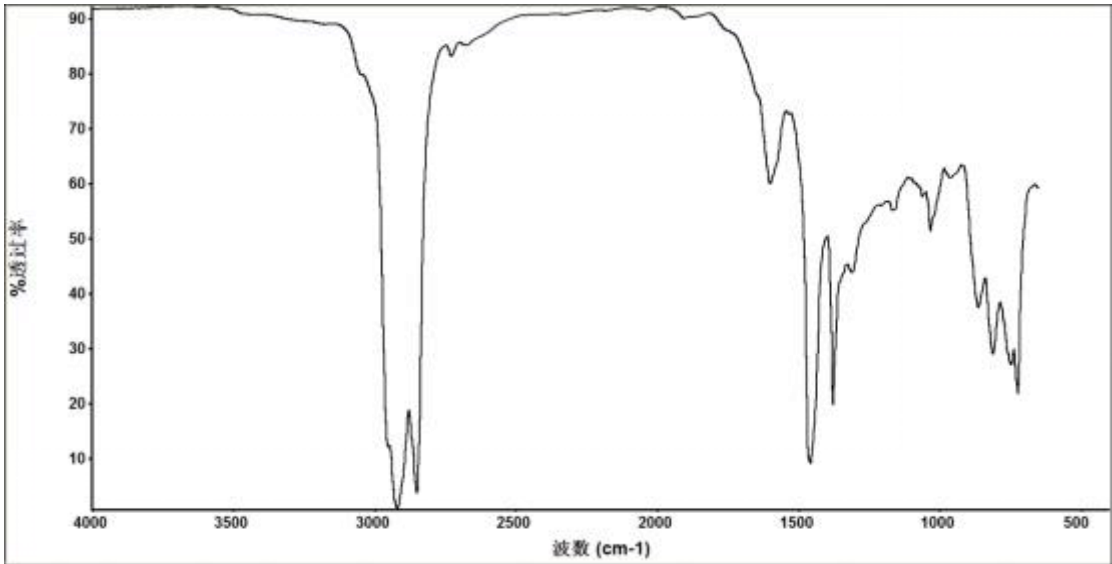


图 D. 1 东海 70#沥青红外标准谱图

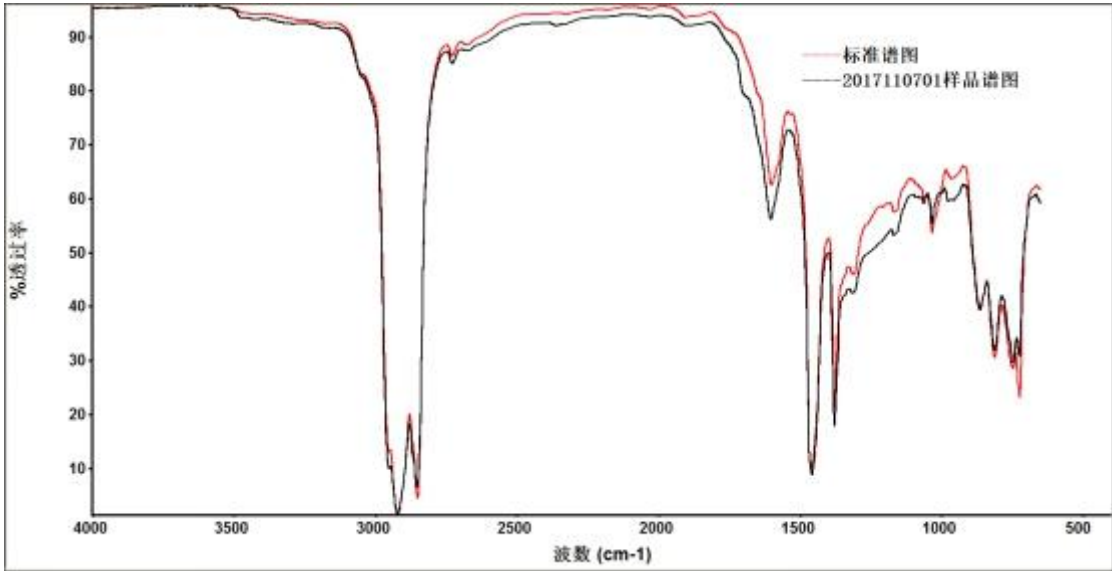


图 D. 2 试验样品红外谱图与东海 70#沥青红外标准谱图比对图