

SBR 改性乳化沥青中 SBR 含量测定规程 (红外光谱法)

Determination of SBR content in SBR modified emulsified asphalt
(Fourier transform infrared spectrometry)

2021 - 10 - 18 发布

2021 - 11 - 18 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 方法原理 2

5 仪器及材料要求 2

 5.1 一般规定 2

 5.2 仪器及技术要求 2

 5.3 材料及要求 2

6 标准样品制作与测定 2

 6.1 原材料 2

 6.2 标样制作 2

 6.3 标样测试与分析 3

 6.4 标准曲线绘制 3

7 待测样品测定 3

 7.1 待测样品处理 3

 7.2 待测样品测试 4

 7.3 标准 A 值计算 4

 7.4 待测样品 SBR 含量确定 4

8 重复性 4

9 报告 4

附录 A（规范性） SBR 改性乳化沥青标准样品制备方法 5

附录 B（资料性） SBR 改性乳化沥青中 SBR 含量测定规程（红外光谱法）测定示例 7

 B.1 测定目的 7

 B.2 送检材料 7

 B.3 标样制作 7

 B.4 标样测试与分析 7

 B.5 待测样品测定 8

附录 C（资料性） 检测报告样式..... 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。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由山东省交通运输厅提出并组织实施。

本文件由山东省交通运输标准化技术委员会归口。

本文件起草单位：山东省高速路桥养护有限公司、山东省交通科学研究院、山东高速集团有限公司、道路养护废旧材料可持续利用研发中心。

本文件主要起草人：冯勋红、樊亮、荆靖、魏慧、郭怀亮、马士杰、王福海、李永振、申全军、毕飞、董光彬、林江涛、解艳波、梁皓、刘新强、张锐、高稳成、王晓燕、李峰、王兴臣、周涛、王超、展望、王琳华、崔恒硕、边兆露、周圣杰、侯佳林。

SBR 改性乳化沥青中 SBR 含量测定规程（红外光谱法）

1 范围

本文件规定了用红外光谱仪衰减全反射（ATR）法测定SBR改性乳化沥青中SBR含量的仪器、材料、方法与步骤、精密度和检测报告等要求。

本文件适用于用红外光谱仪ATR法测定SBR改性乳化沥青中SBR含量。

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 14666 分析化学术语

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、GB/T 14666、JTG E20界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

苯乙烯-丁二烯橡胶 styrene-butadiene rubber (SBR)

一种由苯乙烯和丁二烯共聚而得的分子组成排列无规则的橡胶弹性体。

3.2

SBR 胶乳 styrene butadiene rubber latex

丁二烯和苯乙烯经低温聚合而成的稳定乳液。

3.3

SBR 改性乳化沥青 SBR modified emulsified asphalt

在制作乳化沥青的过程中，同时加入SBR胶乳，或将SBR胶乳与乳化沥青成品混合，得到的改性乳化沥青产品。

3.4

SBR 改性乳化沥青蒸发残留物 residue by evaporation of SBR modified emulsified asphalt

SBR改性乳化沥青完全脱水后得到的残留物。

3.5

ATR 法 attenuated total reflection method

用于高吸收样品或样品表面的测定方法。

注：红外光以大于临界角的角度入射到紧贴样品表面的高折射指数晶体时，由于样品折光指数低于晶体，发生全反射，红外光只进入样品极浅的表层，只有某些频率被吸收，测量这一被衰减了的辐射，即得到样品的衰减全反射光谱。

[来源：GB/T 6040—2019，定义3.15]

4 方法原理

本文件依据朗伯-比尔吸收定律，即物质特征官能团在特定波长处的红外光吸收强度与其浓度成正比。以不同SBR含量的SBR改性乳化沥青蒸发残留物为标准样品，计算波数966 cm^{-1} 处与波数810 cm^{-1} 处红外特征吸收峰的峰高比值（A），以峰高比值（A）与SBR含量建立标准曲线；通过对待测样品进行红外光谱测试、计算特征峰峰高比值（A），对照标准曲线，确定待测样品中SBR占沥青的质量百分比；最后通过各物料之间的比例关系，确定SBR改性乳化沥青中SBR含量。

5 仪器及材料要求

5.1 一般规定

5.1.1 傅里叶变换红外光谱仪工作环境温度宜为 17 $^{\circ}\text{C}$ ~25 $^{\circ}\text{C}$ 、湿度不大于 65 %。

5.1.2 傅里叶变换红外光谱仪、天平、恒温烘箱、温度计等仪器应经具备资质的检定校准部门标定合格，并在有效期内。

5.2 仪器及技术要求

5.2.1 傅里叶变换红外光谱仪：1 台，仪器的最低分辨率不小于 0.5 cm^{-1} ，并配备 ATR 附件。ATR 附件中配置平板晶体，晶体类型为金刚石或 ZnSe。

5.2.2 胶体磨：1 台。

5.2.3 恒温烘箱：1 台，温度控制范围为室温至 250 $^{\circ}\text{C}$ ，精度 $\pm 2^{\circ}\text{C}$ 。

5.2.4 天平：1 台，最大称量 2 000 g，精度 0.01 g。

5.2.5 电炉：1 台，功率不小于 500 W。

5.2.6 烧杯：6 只，1 000 mL。

5.2.7 温度计：1 只，量程不小于 250 $^{\circ}\text{C}$ ，精度 0.5 $^{\circ}\text{C}$ 。

5.2.8 秒表：1 只，分度值 0.1 s。

5.2.9 pH 计：1 台，分度值 0.1。

5.2.10 金属或陶瓷制盛样皿：7 只，500 mL。

5.2.11 玻璃棒、石棉垫、脱脂棉等。

5.3 材料及要求

5.3.1 盐酸（分析纯）。

5.3.2 蒸馏水。

6 标准样品制作与测定

6.1 原材料

标样所用原料（基质沥青、SBR胶乳、乳化剂、其它添加剂等）需与待检样品所用原料的种类、型号、来源、用量等，保持一致。

6.2 标样制作

6.2.1 标准样品制备

实验室采用胶体磨法生产SBR改性乳化沥青标准样品。应制作至少5组不同SBR含量的SBR改性乳化沥青标样，且应覆盖送检SBR改性乳化沥青中SBR含量，具体制备方法应符合附录A的要求。

6.2.2 蒸发残留物制备

将盛有300 g±1 g试样的盛样皿连同玻璃棒一起置于电炉（放有石棉垫）上缓慢加热，边加热边搅拌，其加热温度不应致乳液溢溅，直至确认试样中的水分完全蒸发，整个过程持续38 min~40 min，然后置于恒温烘箱中，在163℃±3.0℃温度下加热1 min。

6.3 标样测试与分析

6.3.1 标样测试

采用ATR法进行红外光谱测试，傅里叶变换红外光谱仪测试范围4 000 cm⁻¹~400 cm⁻¹，扫描次数不少于10次。测试步骤如下：

- 测量背景光谱；
- 将制备好的乳化沥青蒸发残留物搅拌均匀后，取适量标样涂覆于傅里叶变换红外光谱仪 ATR 附件上的试模内，测定 4 000 cm⁻¹~400 cm⁻¹ 波数范围的红外吸收光谱；
- 利用红外光谱处理软件对 810 cm⁻¹ 和 966 cm⁻¹ 波数处的特征峰进行峰高测定，并读取数据。按公式（1）计算 A 值。

$$A = \frac{H_{966}}{H_{810}} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

A ——966 cm⁻¹处峰高与810 cm⁻¹处峰高之比，精确到0.001；

H_{966} ——波数966 cm⁻¹处特征吸收峰的峰高值；

H_{810} ——波数810 cm⁻¹处特征吸收峰的峰高值。

6.3.2 标准 A 值

按照公式（2）计算。

$$A_s = \frac{\sum_{i=1}^n A_i}{n} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

A_s ——标准A值，即标样经平行检测得到A的算数平均值；

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。

A_i 与 A_s 相对偏差不超过5%，否则应重新进行测试。

6.4 标准曲线绘制

以SBR含量(%)为横坐标，对应的A值为纵坐标，经线性拟合得到标准曲线，拟合曲线的决定系数(R^2)不小于0.99。若拟合曲线的决定系数(R^2)小于0.99，应重新进行测试。

7 待测样品测定

7.1 待测样品处理

按照6.2.2方法处理待检样品，得到待测SBR改性乳化沥青蒸发残留物，并计算SBR改性乳化沥青蒸发残留物含量。

7.2 待测样品测试

按照6.3.1方法，对待测样品进行测试。

7.3 标准 A 值计算

按照6.3.1和6.3.2方法，得到待测样品的标准A值。

7.4 待测样品 SBR 含量确定

将待测样品的标准A值与标准曲线进行比对和内插计算，得到待测样品中SBR占沥青的质量百分比。待测样品中SBR含量计算：

$$P_{SBR} = \frac{P_1 \times P_2}{100 + P_1} \dots\dots\dots (3)$$

式中：
 P_{SBR} ——SBR改性乳化沥青中SBR含量，%；
 P_1 ——SBR占沥青的质量百分比，%；
 P_2 ——SBR改性乳化沥青蒸发残留物含量，%。
 具体测试示例，见附录B。

8 重复性

在同一实验室，由同一操作者使用同一仪器，按照相同的方法，对同一试样进行两次重复测定，所得到的两次独立测定结果的相对误差不超过5 %。

9 报告

试验报告应包括以下内容：

- a) 试样来源、编号及状态；
- b) 试验及判定依据；
- c) 仪器设备及编号；
- d) 分析测试结果；
- e) 测试单位和测试日期。

检测报告可参照附录C编制。

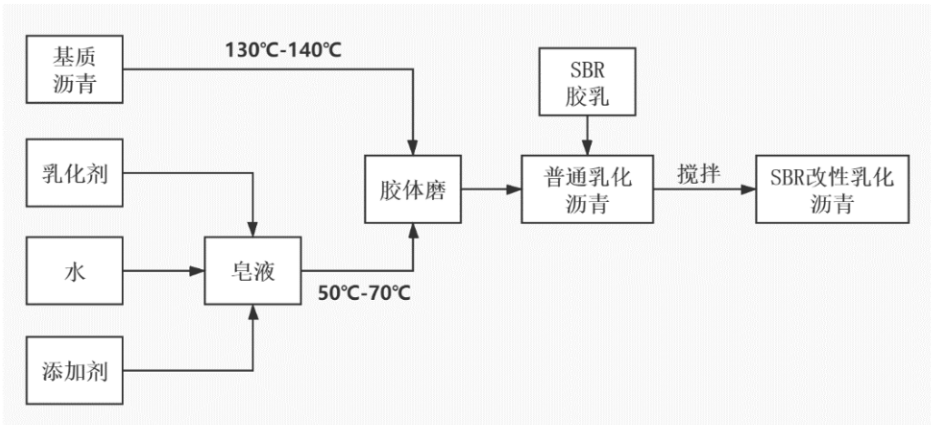
附录 A
(规范性)

SBR 改性乳化沥青标准样品制备方法

实验室采用胶体磨法生产SBR改性乳化沥青标准试样，流程见图1。标样中乳化剂质量按式（A. 1）计算，基质沥青质量按式（A. 2）计算，皂液质量（调节pH值之后的皂液质量）按式（A. 3）计算，SBR胶乳蒸发残留物含量按式（A. 4）计算，SBR胶乳质量按式（A. 5）计算。具体步骤如下。

- a) 盛样皿烘干，备用。准确称量盛样皿的质量 m_1 (准确至 0.01 g)，称取 $100\text{ g} \pm 1\text{ g}$ 的 SBR 胶乳 m_2 (准确至 0.01 g) 至盛样皿中。在 $130\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 烘箱中，干燥 40 min。然后将盛样皿放在干燥器内冷却至室温后，取出称量。再放烘箱中干燥 10 min，重复冷却、称量操作步骤，直至前后两次称量之差小于 0.05 g，记录此时样品质量 m_3 。
- b) 将准确称量的乳化剂（准确至 1 g）溶解于一定质量（其数值应小于按式（A. 3）计算得到的数值）的蒸馏水中，即得到皂液。添加盐酸，调节皂液 pH 值（调节 pH 值之后的皂液质量为按式（A. 3）计算得到的数值）。将沥青加热至 $130\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 140\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、皂液加热至 $50\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 70\text{ }^{\circ}\text{C}$ （皂液温度与沥青温度之和不大于 $200\text{ }^{\circ}\text{C}$ ），备用。
- c) 将皂液倒入胶体磨中循环 10 s，再缓慢倒入准确称量的基质沥青（准确至 1 g），继续循环 60 s，冷却至室温，即得到乳化沥青标样。
- d) 乳化沥青与准确称量的 SBR 胶乳（准确至 0.01 g）混合、搅拌，混合均匀后得到 SBR 改性乳化沥青标样。

应制作至少5组不同SBR含量的SBR改性乳化沥青标样，且应覆盖送检SBR改性乳化沥青中SBR含量。如送检SBR改性乳化沥青中SBR占基质沥青质量的4%~5%，则标样中的SBR含量分别为基质沥青的2%、3%、4%、5%、6%。



图A. 1 流程图

$$m_{\text{乳化剂}} = \frac{m_{\text{乳化沥青}} \times P_{\text{乳化剂}}}{100} \dots\dots\dots (\text{A. 1})$$

式中：
 $m_{\text{乳化剂}}$ —— 乳化剂质量，g；
 $m_{\text{乳化沥青}}$ —— 乳化沥青质量，g；
 $P_{\text{乳化剂}}$ —— 待检样品中乳化剂用量，%。

$$m_{\text{基质沥青}} = \frac{m_{\text{乳化沥青}} \times P_{\text{蒸发残留物}}}{100} \dots\dots\dots (\text{A. 2})$$

式中:

$m_{\text{基质沥青}}$ ——基质沥青质量, g;
 $m_{\text{乳化沥青}}$ ——乳化沥青质量, g;
 $P_{\text{蒸发残留物}}$ ——乳化沥青蒸发残留物含量, %。

$$m_{\text{皂液}} = m_{\text{乳化沥青}} - m_{\text{基质沥青}} \dots\dots\dots (\text{A. 3})$$

式中:

$m_{\text{皂液}}$ ——皂液质量, g;
 $m_{\text{乳化沥青}}$ ——乳化沥青质量, g;
 $m_{\text{基质沥青}}$ ——基质沥青质量, g。

$$P_{\text{SBR胶乳}} = \frac{m_3 - m_1}{m_2} \times 100 \dots\dots\dots (\text{A. 4})$$

式中:

$P_{\text{SBR胶乳}}$ ——SBR胶乳蒸发残留物含量, %;
 m_1 ——盛样皿的质量, g;
 m_2 ——SBR胶乳的质量, g;
 m_3 ——蒸发终了时盛样皿和SBR胶乳蒸发残留物的质量, g。

$$m_{\text{SBR胶乳}} = \frac{m_{\text{基质沥青}}}{P_{\text{SBR胶乳}}} \times P'_{\text{SBR}} \dots\dots\dots (\text{A. 5})$$

式中:

$m_{\text{SBR胶乳}}$ ——SBR胶乳的质量, g;
 P'_{SBR} ——标样中SBR含量, %;
 $P_{\text{SBR胶乳}}$ ——SBR胶乳蒸发残留物含量, %;
 $m_{\text{基质沥青}}$ ——基质沥青的质量, g。

附录 B

(资料性)

SBR 改性乳化沥青中 SBR 含量测定规程 (红外光谱法) 测定示例

B.1 测定目的

确定 SBR 改性乳化沥青的 SBR 含量。

B.2 送检材料

送检材料如下:

- a) 待检 SBR 改性乳化沥青 1 000 g;
- b) 该种 SBR 改性乳化沥青所使用的基质沥青 5 000 g;
- c) 该种 SBR 改性乳化沥青所使用的 SBR 胶乳 5 00 g;
- d) 该种 SBR 改性乳化沥青所使用的乳化剂 2 00 g。

B.3 标样制作

根据 6.2.1 中规定的方法生产 SBR 改性乳化沥青标准样品, 先行生产蒸发残留物含量 60 % 的乳化沥青 2 000 g, 再按照一定比例掺加 SBR 胶乳形成 SBR 改性乳化沥青; 然后按照 6.2.2 中规定的方法处理待检样品, 得到 SBR 改性乳化沥青蒸发残留物。

具体步骤如下。

- a) 盛样皿烘干, 备用。准确称量盛样皿的质量 105.03 g, 称取 100.13 g 的 SBR 胶乳至盛样皿中。在 $130\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 烘箱中, 干燥 40 min。然后将盛样皿放在干燥器内冷却至室温后, 取出称量。再放烘箱中干燥 10 min, 重复冷却、称量操作程序, 直至前后两次称量之差小于 0.05 g, 记录此时样品质量 170.12 g。
- b) 按厂家推荐的乳化剂含量 2.8 %, 称取 56 g 乳化剂, 溶解到 720 g 蒸馏水中形成皂液; 加入盐酸调节皂液 pH 值为 2, 此时皂液质量为 800 g, 皂液加热到 $60\text{ }^{\circ}\text{C}$; 沥青质量 1 200 g, 加热至 $140\text{ }^{\circ}\text{C}$, 备用。
- c) 清洁、预热乳化沥青胶体磨, 先将皂液倒入胶体磨中循环 10 s, 再将 $140\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的沥青缓慢倒入胶体磨继续循环 60 s, 形成乳化沥青。
- d) 制作 5 组不同 SBR 含量的 SBR 改性乳化沥青标样。将 300 g 乳化沥青与 SBR 胶乳混合、搅拌, 混合均匀后得到 SBR 改性乳化沥青标样。各标样的 SBR 含量分别为基质沥青的 2 %、3 %、4 %、5 %、6 %, 对应加入的 SBR 胶乳质量为 5.54 g、8.31 g、11.08 g、13.85 g、16.62 g。
- e) 将盛有 300 g SBR 改性乳化沥青的盛样皿连同玻璃棒一起置于电炉(放有石棉垫)上缓慢加热, 边加热边搅拌, 其加热温度不应致乳液溢溅, 直至确认试样中的水分完全蒸发, 整个过程持续 40 min, 然后置于恒温烘箱中, 在 $163\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 3.0\text{ }^{\circ}\text{C}$ 温度下加热 1 min。

B.4 标样测试与分析

B.4.1 标样测试

根据 6.3 中规定的方法, 采用傅里叶变换红外光谱仪, 分别测定不同标样 $4\,000\text{ cm}^{-1} \sim 400\text{ cm}^{-1}$ 波数范围的红外吸收光谱。利用红外光谱处理软件对位于 810 cm^{-1} 和 966 cm^{-1} 波数处的特征峰进行峰高度测定, 读取数据, 按式 (1) 计算各标样的 A 值。

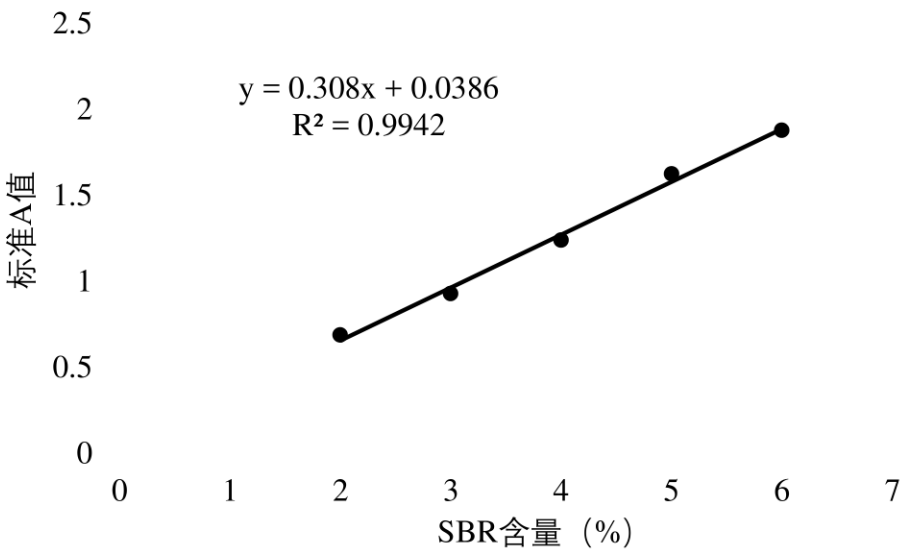
每种标样重复测试不少于 5 次, 直至至少有 5 次测试的 A 值与平均 A 值相对偏差不超过 5 %。取这 5 次测试平均 A 值为该标样的标准 A 值。本次试验测得各标样的标准 A 值如下表所示。

表B.1 不同 SBR 含量标样的标准 A 值

SBR 含量	2 %	3 %	4 %	5 %	6 %
A 值	0.687	0.918	1.232	1.659	1.890
	0.684	0.922	1.243	1.651	1.922
	0.689	0.923	1.239	1.666	1.865
	0.685	0.921	1.231	1.661	1.834
	0.687	0.925	1.246	1.649	1.875
标准 A 值	0.686	0.927	1.238	1.625	1.877

B.4.2 标准曲线绘制

根据表B.1中数据进行线性回归拟合，制作标准曲线，如下图所示。



图B.1 标准曲线

该拟合曲线的决定系数 $R^2=0.994$ ，满足6.4中规定的不小于0.99的要求，可作为标准曲线使用。

B.5 待测样品测定

B.5.1 待测样品的处理

按照6.2.2中规定的方法处理待测样品，得到SBR改性乳化沥青蒸发残留物，并计算SBR改性乳化沥青蒸发残留物含量为62 %。

B.5.2 待测样品测试

按照6.3中规定的方法对待测样品进行红外光谱测试分析，得到待测SBR改性乳化沥青样品的标准A值为1.426，计算过程如表B.2所示。

表B.2 待测样品 A 值

A 值测量结果	1.431	1.420	1.434	1.418	1.427
标准 A 值	1.426				

B.5.3 待测样品中SBR含量确定

将待检样品的标准A值与标准曲线进行比对和内插计算,确定待测样品中SBR占沥青的质量百分比为4.5%。

按照7.4中式(4)计算,得到待测样品中SBR含量为:2.7%。

附 录 C
(资料性)
检测报告样式

表C. 1给出了检测报告样式。

表C. 1 检测报告样式

报告编号：

检 测 报 告

工程名称_____

检测项目_____

检测类别_____

委托单位_____

检测单位

日期

表 C.1 检测报告样式（续）

SBR 改性乳化沥青蒸发残留物中 SBR 含量检测报告			
试验室名称：		报告编号：	
委托单位		委托编号	
工程名称		样品编号	
工程部位/用途		样品名称	
试验依据		判定依据	
样品描述			
主要仪器设备及编号			
厂家（产地）		沥青种类	
试验日期		代表数量	
分析检测结果：SBR 占沥青的质量百分比：_____；SBR 改性乳化沥青中 SBR 含量：_____。			
附图 1：标准曲线图			
附图 2：试样红外光谱图			
备注： 本检测仪对来样负责。			
检测：	审核：	签发：	日期： 年 月 日（专用章）