

DB22

吉 林 省 地 方 标 准

DB22/T 2979—2019

基质沥青相似度检测 红外光谱法

Testing for similarity of base asphalt FTIR method

2019 - 05 - 27 发布

2019 - 06 - 17 实施

吉林省市场监督管理厅 发 布

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、吉林省高等级公路建设局、吉林省高速公路集团有限公司、吉林省公路管理局。

本标准主要起草人：陈志国、闫秋波、秦卫军、谢玉田、李长江、张书林、王岩松、李坤霖、于丽梅、田冰、吕东冶、于浩、王书娟

基质沥青相似度检测 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

本标准规定了红外光谱法检测基质沥青相似度的术语和定义、原理、材料、仪器设备、环境条件、样品、基质沥青标准样品谱图库、基质沥青红外光谱检测、检测结果判定和检测报告。

本标准适用于采用红外光谱法检测基质沥青相似度。

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 21186 傅里叶变化红外光谱仪

3 术语和定义

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

3.1

相似度 similarity

采用红外光谱法检测被检基质沥青与标准样品沥青的匹配程度。

3.2

衰减全反射附件 attenuated total reflection spectra

利用衰减全反射光谱原理制作的专门附件用于不同材料的红外光谱检测，英文缩写为ATR。

4 原理

建立基质沥青原厂标准样品红外光谱谱图数据库，采用傅里叶红外光谱仪检测待测样品的红外光谱谱图，利用机器学习算法对待测基质沥青样品的红外光谱谱图与标准样品谱图进行匹配计算，获得相似度指标。

5 材料

5.1 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。

5.2 晶体片。溴化钾。

6 仪器设备

- 6.1 傅里叶变换红外光谱仪。分辨率不应低于 0.5 cm^{-1} ，波数范围： $400\text{ cm}^{-1}\sim 4000\text{ cm}^{-1}$ 。
- 6.2 烘箱。工作温度为室温 $\sim 200\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，控温精度为 $\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。
- 6.3 天平。最大感量 200 g ，精度 0.0001 g ；1 台最大感量 1000 g ，精度 0.1 g 。
- 6.4 加热炉具。可调温电炉，石棉垫不小于炉具上面积。
- 6.5 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 $1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。
- 6.6 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。
- 6.7 其他。棉签、酒精棉、红外干燥灯或电吹风。

7 环境条件

- 7.1 环境温度。 $25\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 3\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。
- 7.2 环境湿度。 $\leq 50\%$ 。
- 7.3 应避免阳光直射傅里叶变换红外光谱仪，操作室应洁净无灰尘。

8 样品

- 8.1 标准样品应为原厂样品。
- 8.2 原油产地固定，炼油工艺不变，可每年至少采集 2 次原厂样品作为标准样品。
- 8.3 原油产地不固定，炼油工艺变化，根据情况适当加大标准样品采集频率。

9 基质沥青标准样品谱图库

- 9.1 标准样品谱图库建立
- 9.2 红外光谱法检测基质沥青前，应根据不同基质沥青标号和来源分别建立标准样品谱图库。
- 9.3 每个标准样品应至少采集 10 次。
- 9.4 标准样品谱图库应为可扩容、可移植的动态数据库，数据库容量至少可存储 30000 条标准样品红外光谱图数据。

10 基质沥青红外光谱检测

10.1 试验步骤

10.1.1 准备

- 10.1.1.1 检查工作环境，应满足仪器正常工作要求。
- 10.1.1.2 检查仪具应经国家计量部门检定，检定合格后方可使用。
- 10.1.1.3 选择测试附件，仪器自动识别后，进行光学台准直，设置采集背景，扫描方式按 GB/T 21186 规定执行。
- 10.1.1.4 将刮刀隔石棉网在电炉上加热，控制温度小于 $120\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，以便取样。

10.1.2 步骤

- 10.1.2.1 根据 GB/T 6040 中薄膜法制备样品。

10.1.2.2 将 ATR 附件的 ZnSe 水平槽用棉签沾取四氯化碳清洗干净吹干，点击采集背景，测试空气背景并保存。

10.1.2.3 将加热的刮刀（6.1.6）插入沥青中约 1 cm~2 cm，沾取沥青后涂到 ATR 附件的 ZnSe 水平槽上，点击采集样品，进行样品测试，同一样品采集 5 次。

10.1.2.4 在同一个测试条件下按上述步骤采集未知沥青的红外谱图，与沥青谱图库（9）里的标准谱图对比，确定未知沥青标号及来源。

10.2 基质沥青相似度确定

通过相似度机器学习算法设计，对被检基质沥青样品的红外光谱图谱与标准样品库中的相应的标准样品进行相似度计算，获得被检沥青相似度，在重复性条件下获得的两次独立测定相似度的相对误差不超过5%。

11 检测结果判定

11.1 当用于生产基质沥青所用原油来源和炼油工艺无变化时，相似度 $\geq 99.5\%$ ，与标准样品库中样品一致。

11.2 当用于生产基质沥青所用原油来源和炼油工艺变化时，相似度应 $\geq 98\%$ ，与标准样品库中样品一致。

12 检测报告

检测报告样式可参照附录 A。

附录 A
(资料性附录)
检测报告样式

检验报告样式。

检 测 报 告

报告编号：_____

试样名称：_____

项目单位：_____

检验类别：_____基质沥青来源识别_____

检测单位：_____

检测日期：_____xxxx年xx月xx日_____

检测报告式样

项目单位		试验室名称	
试样编号		试样名称	70#或 90#基质沥青
到场时间		进场数量（吨）	
检测项目	沥青来源识别	运输车牌号	
测试人员		沥青厂家	
审核人员		监理人员	
检测仪器		检测依据	
检测结果： 70#或 90#试样相似度为 xx%。			
红外光谱附图： 签发日期：xxxx 年 xx 月 xx 日			
检测环境	温度： ℃ 湿度： %		
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；			