

道路沥青 SBS 改性剂含量测定技术规程 (红外光谱法)

Determination of SBS Content in Modified Bitumen with FTIR Specification

2017 – 10 – 25 发布

2017 – 11 – 25 实施

山东省质量技术监督局

发 布

前 言

本标准按照GB/T 1.1-2009给出的规则起草。

本标准由山东省交通运输厅提出并归口。

本标准起草单位：山东省交通规划设计院、同济大学、烟台市公路管理局、山东省公路建设（集团）有限公司。

本标准主要起草人：毕玉峰、张宏超、刘伟、张婉、杜晓博、李涛、马川义、刁宠基、张鹏、张锋、李琳、赵先鹏。

道路沥青 SBS 改性剂含量测定技术规程 （红外光谱法）

1 范围

本标准规定了用红外光谱吸收法测定改性沥青中 SBS（苯乙烯—丁二烯—苯乙烯嵌段共聚物）改性剂含量的方法。

本标准适用于道路改性沥青中 SBS 改性剂含量的测定，测量范围为改性沥青中 SBS 改性剂质量百分比 0.5 % - 9.0 %。

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 14666 分析化学术语

3 术语和定义

本标准涉及的主要用语的定义同GB/T 14666和GB/T 6040中所规定的定义。

4 方法原理

本方法利用分子振动在特定波长处的红外吸收能与其浓度成正比的关系，通过计算 SBS 在波数为 966 cm^{-1} 处的红外特征吸收峰与沥青在 1377 cm^{-1} 处的红外特征吸收峰的面积比值，确定改性沥青中 SBS 改性剂的质量百分比含量。

5 限制条件

采用本方法进行道路改性沥青 SBS 含量测定时，在提供待检改性沥青样品的同时，委托方必须提供相应基质沥青和 SBS 原材。可同时提供其他添加剂样品、添加量数据，并提供相应添加工艺条件。

6 试剂与材料

6.1 试剂

采用四氯化碳（分析纯）。

6.2 材料

- a) 滤纸；
- b) 称量纸。

7 仪器与设备

7.1 仪器

- a) 傅里叶变换红外光谱仪，仪器的最低分辨率应优于 0.5 cm^{-1} ，并配备 ATR 附件。

7.2 设备

- a) 小型高速剪切机 1 台，剪切速度 4000–6000 转/分钟；
- b) 干燥箱，温度控制范围在室温至 $250\text{ }^{\circ}\text{C}$ 之内；
- c) 量程 1000 g 以上天平 1 架，感量 0.1 g ；
- d) 量程 100 g 以上天平 1 架，感量 0.01 g ；
- e) 功率不小于 100 W 红外干燥灯 1 台；
- f) 功率不小于 500 W 电炉 1 台；
- g) 烧杯 3 只，1000 ml；
- h) 量筒 3 只，10 ml；
- i) 量程不小于 $180\text{ }^{\circ}\text{C}$ 温度计 1 只，精度 $0.5\text{ }^{\circ}\text{C}$ ；
- j) 长度不小于 20 cm 的玻璃棒 1 根；
- k) 取样勺 1 把。

8 标准曲线

8.1 标样制作

标样是指试验室制作的已知 SBS 含量的标准试样，用于标定 SBS 含量与红外光谱特征峰值的相关关系。标样中 SBS 百分含量按式 8.1 计算。

$$P_{\text{SBS}} = \frac{m_1}{m_1 + m_2} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- P_{SBS} — 标样的 SBS 含量，%；
- m_1 — SBS 的质量，g；
- m_2 — 基质沥青的质量，g。

8.1.1 溶剂法

将准确称量的 SBS 与基质沥青（20 g~30 g）共同溶于四氯化碳溶剂中，溶剂体积（mL）为基质沥青质量（g）的 10 倍， $30\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下搅拌 5 小时。将温度升高至 $60\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，搅拌至溶剂挥发完毕，得到 SBS 改性沥青标样。

8.1.2 剪切法

准确称量基质沥青 600 g，加温至 $(180\text{--}185)\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，采用小型高速剪切设备进行搅拌，剪切速度（4000–6000）转/分钟。加入准确称量的 SBS，持续搅拌（30–40）分钟后自然冷却至常温，得到 SBS 改性沥青标样。

8.2 标准曲线制作

8.2.1 红外测试与分析

- a) 试样
将 SBS 改性沥青标样加热至 (140~160) °C，搅拌均匀后取适量标样涂覆于 ATR 附件上的试模内。
- b) 测试分析
 - 1) 采用傅里叶红外光谱仪，测定 (4000~400) cm⁻¹ 范围的红外吸收光谱；
 - 2) 利用红外光谱处理软件对 1377 cm⁻¹ 和 966 cm⁻¹ 处的特征峰进行峰面积测定，并读取数据。
- c) A 值计算

$$A = \frac{966\text{cm}^{-1}\text{处的峰值面积}}{1377\text{cm}^{-1}\text{处的峰值面积}} \dots\dots\dots (2)$$

式中：
A—为 966 cm⁻¹ 处峰值面积与 1377 cm⁻¹ 处峰值面积比，精确到 0.001。

- d) 标准 A 值
同一标样进行重复测试，直至连续 5 次测定的 A 值相对误差不超过 5%，取这连续 5 次测试平均 A 值为该标样的标准 A 值。

8.2.2 标准曲线制作

按步长 0.5 %制作 5 种以上不同 SBS 含量的标样，按照 8.2.1 测定各标样的标准 A 值。以各标样的标准 A 值及其对应的 SBS 含量做线性回归得到标准曲线。回归分析中相关系数应大于 0.99，否则应重新进行试验。

9 待检样品测定

9.1 待检样品处理

- 9.1.1 将待检样品加热至 (140~160) °C，搅拌均匀。准确称取 (2~3) g 待检样品溶解于四氯化碳溶剂中，溶剂体积 (mL) 为待检样品质量 (g) 的 5 倍以上。(30~40) °C 下搅拌，使样品溶解至没有黑色块状物，将溶解好的样品静置放置 2 小时以上；
- 9.1.2 将上述溶液用滤纸过滤，并用四氯化碳溶剂充分冲洗。收集不溶物，在 80 °C 下干燥 5 小时，并准确称重；
- 9.1.3 滤液在 60 °C 下搅拌至溶剂挥发完毕，得到 SBS 改性沥青待检样品。

9.2 待检样品的 SBS 含量测定

9.2.1 待检样品的 A 值测定

按照 8.2.1 方法对待检样品进行红外光谱测试分析，得到待检 SBS 改性沥青样品的平均 A 值。

9.2.2 待检样品 A 值校正

对待检样品的平均 A 值按照公式 9.1 进行校正，得到校正 A 值。

$$\text{校正A值} = \left(1 - \frac{\text{不溶物质量}}{\text{待测SBS改性沥青样品质量}}\right) \times \text{平均A值} \dots\dots\dots (3)$$

9.2.3 待检样品 SBS 含量确定

将待检样品的校正 A 值与标准曲线进行比对和内插计算，确定待检样品相应的 SBS 质量百分比含量。

10 精密度

试验室内重复性测量相对标准偏差为 $\pm 5\%$ 。

11 报告

试验报告应包括以下内容：

- a) 试样来源及编号；
- b) 仪器型号及测试参数；
- c) 道路改性沥青 SBS 含量定量结果；
- d) 测试单位、测试者和测试日期。

12 按照《SBS 改性剂含量测定技术规程（红外光谱法）》9.2.1 的方法，根据标准曲线（附录图 1）进行对比和内插计算，也可按照回归方程 $y = 19.68x - 0.5591$ 计算校正 A 值 0.241 所对应的 SBS 含量值。经上述计算分析，得到待检样品的 SBS 含量为 4.2% 。

附 录 A
(规范性附录)
改性沥青 SBS 含量测定法（红外光谱法）测定示例

A. 1 测定目的

某道路改性沥青的 SBS 含量。

A. 2 送检材料

- a) 待检道路改性沥青 1000 g ；
- b) 该种道路改性沥青所使用的基质沥青 5000 g ；
- c) 该种道路改性沥青所使用的 SBS 改性剂 500 g 。

A. 3 标样制作

根据《SBS 改性剂含量测定技术规程（红外光谱法）》8.1.2 节中规定的剪切法，制备 SBS 含量为 3.0 %、3.5 %、4.0 %、4.5 %、5.0 %、5.5 %S 的标样。以 SBS 含量 4.0 % 的标样制作为例，其操作过程如下：

准确称量基质沥青 600 g，加温至（160-185）℃，采用小型高速剪切设备进行预搅拌 10 分钟；准确称量 SBS 改性剂 24 g，加入预搅拌后的基质沥青，继续持续搅拌（30-40）分钟，剪切速度（4000-6000）转/分钟。随后静置并自然冷却至常温，得到 SBS 含量为 4.0 % 的标样。采用上述方法，制作 SBS 含量 3.0 %、3.5 %、4.5 %、5.0 %、5.5 %S 的标样。

A. 4 标样 A 值测定

根据《SBS 改性剂含量测定技术规程（红外光谱法）》8.2 节中规定的方法，采用傅里叶红外光谱仪，分别测定不同标样 4000~400 cm⁻¹ 范围的红外吸收光谱。利用红外光谱处理软件对位于 1377 cm⁻¹ 和 966 cm⁻¹ 处的特征峰进行峰面积测定，读取数据，按下式计算各标样的 A 值。

$$A = \frac{966\text{cm}^{-1}\text{处的峰值面积}}{1377\text{cm}^{-1}\text{处的峰值面积}} \dots\dots\dots (4)$$

每种标样重复测试不少于 5 次，直至连续 5 次测定的 A 值相对误差不超过 5 %，取这连续 5 次测试平均 A 值为该标样的标准 A 值。本次试验测得不同 SBS 含量标样的标准 A 值如下表所示。

表 A. 1 不同 SBS 含量标样的标准 A 值连续 5 次测量计算表

SBS 含量	3.0 %	3.5 %	4.0 %	4.5 %	5.0 %	5.5 %
A 值	0.040	0.105	0.241	0.352	0.417	0.515
	0.043	0.109	0.235	0.337	0.431	0.522
	0.042	0.107	0.235	0.343	0.442	0.518
	0.039	0.106	0.227	0.329	0.412	0.524
	0.041	0.108	0.222	0.349	0.423	0.506
相对误差	4.88 %	1.76 %	4.31 %	3.80 %	4.00 %	2.13 %
标准 A 值	0.041	0.107	0.232	0.342	0.425	0.517

A. 5 标准曲线制作

根据附录表 A. 1 中数据进行线性回归拟合，制作标准曲线，如下图所示。

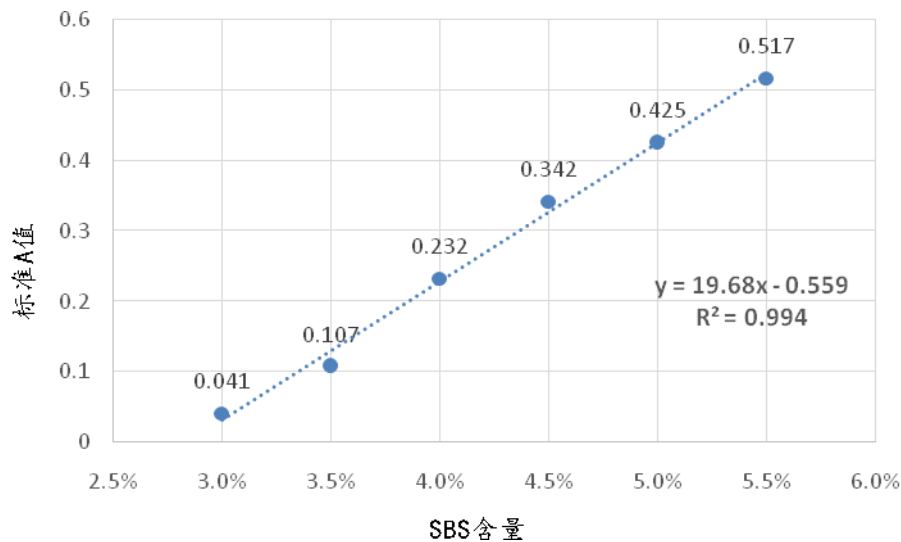


图 A.1 标准曲线

该回归曲线的相关系数 $R^2 = 0.9947$ ，满足本标准 8. 2. 2 中规定的大于 0. 99 的要求，可作为标准曲线使用。

A. 6 待检样品的处理

将待检道路改性沥青样品加热至（140~160）℃，搅拌均匀，准确称取 2. 760 g 待检样品溶解于四氯化碳溶剂中，溶剂体积为 15 mL。（30~40）℃下搅拌，使样品溶解至没有黑色块状物，将溶解好的样品静置放置 2 小时以上。将上述溶液用滤纸过滤，并用四氯化碳溶剂充分冲洗。在 80℃下干燥 5 小时，收集不溶物 0. 121 g，计算得到不溶物的质量百分率为 4. 38 %。滤液在 60℃下搅拌至溶剂挥发完毕，得到 SBS 改性沥青待检样品。

A. 7 待检样品的 A 测定

按照本标准 9. 2. 1 的方法对待检样品进行红外光谱测试分析，得到待检 SBS 改性沥青样品的平均 A 值为 0. 252，按照 9. 2. 1 的方法对平均 A 值进行校正，计算过程如下表 A. 2 所示。

表 A. 2 待检样品 A 值测定与校正

A 值测量结果	相对误差	平均 A 值	不溶物含量	校正 A 值
0. 254	3. 17 %	0. 252	4. 38 %	0. 241
0. 244				
0. 257				
0. 259				
0. 246				