

# DB33

## 浙江省地方标准

DB 33/T XXXXX—2015

### 改性沥青中 SBS 含量的测定 红外光谱法

Determination of SBS quantity in modified asphalt—FTIR method

(报批稿)

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 实施

浙江省质量技术监督局 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 原理 .....	1
5 仪器与材料要求 .....	1
5.1 一般规定 .....	1
5.2 仪器及技术要求 .....	2
5.3 材料及要求 .....	2
6 方法与步骤 .....	2
6.1 改性沥青标样制作与测定 .....	2
6.2 改性沥青试样测定 .....	3
6.3 检测记录 .....	4
7 精密度 .....	4
8 检测报告 .....	4
附录 A (资料性附录) 检测委托单样式 .....	6
附录 B (资料性附录) 检测原始记录表样式 .....	7
附录 C (资料性附录) 检测报告样式 .....	9
附录 D (资料性附录) SBS 改性沥青红外光谱样图及标准曲线样图 .....	12

## 前 言

本标准依据GB/T 1.1-2009给出的规则起草。

本标准由浙江省交通运输厅提出并归口。

本标准起草单位：浙江顺畅高等级公路养护有限公司、浙江大学、浙江省交通运输厅工程质量监督局，浙江省科威工程咨询有限公司。

本标准主要起草人：单岗、金达莱、邵宏、陈正发、岳林海、王涛利、刘清、陈建荣、熊分清、裘秋波。

# 改性沥青中 SBS 含量的测定 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测定改性沥青中SBS含量的仪器与材料、方法与步骤、精密度和检测报告等要求。

本标准适用于红外光谱法测定改性沥青中SBS含量。

## 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 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

GB/T 6040、GB/T 14666界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

### 3.1

SBS styrene-butadiene-styrene copolymer

苯乙烯—丁二烯—苯乙烯嵌段共聚物，一种高分子聚合物，可以用作沥青改性剂。

## 4 原理

根据Lambert-Beer定律，利用待测物质特征官能团在特定波长（波数）处的红外吸收强度与物质浓度的正比关系，进行改性沥青中SBS含量测定。

本方法选取改性沥青红外光谱图中 $966\text{ cm}^{-1}$ 处的C=C基团上碳氢键弯曲振动特征吸收峰，和 $1377\text{ cm}^{-1}$ 处的 $\text{CH}_3$ 基团上碳氢键弯曲振动特征吸收峰，作为SBS含量测定的特征吸收峰。分别测量特征吸收峰面积（ $S_{966}$ 和 $S_{1377}$ ），计算两峰面积的比值（A），以比值（A）与SBS含量建立线性标准曲线。通过对待测改性沥青试样进行红外光谱检测、两特征峰面积测量以及比值（A）的计算，对照标准曲线，确定试样中SBS的含量。

## 5 仪器与材料要求

### 5.1 一般规定

- 5.1.1 傅里叶变换红外光谱仪工作环境为温度 25 °C ±3 °C、湿度 ≤65%。
- 5.1.2 傅里叶变换红外光谱仪、天平、温度计等仪器应经国家计量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：分辨率不低于 0.5 cm<sup>-1</sup>，波数范围 4000 cm<sup>-1</sup>~400 cm<sup>-1</sup>。
- 5.2.2 高速剪切设备：不锈钢工作头，转速可任意调节，最大转速不小于 10000 r/min，处理能力 0.5 L~5 L。
- 5.2.3 恒温烘箱：工作温度为室温~250 °C，控温精度为 ±2 °C。
- 5.2.4 盛样容器：可加热的、密封带盖的广口金属容器（如罐、桶等），容量 100 mL、1000 mL，各不少于 5 个。
- 5.2.5 天平：最大称量 200 g、精度 0.0001 g，1 台；最大称量 1000 g、精度 0.1 g，1 台。
- 5.2.6 水银温度计：测温范围 0 °C~200 °C 或 0 °C~300 °C、分度值 1 °C。
- 5.2.7 其它仪器：红外干燥灯、电热套、量筒等。

5.3 材料及要求

- 5.3.1 四氯化碳：分析纯。
- 5.3.2 溴化钾：晶体片。

6 方法与步骤

6.1 改性沥青标样制作与测定

6.1.1 标样的原料采集

参照附录A要求采集制作标样的原料，标样中基质沥青、SBS改性剂及其他添加剂应与送检改性沥青试样一致。

6.1.2 标样制作

标样制作应按下列要求：

- a) 标样中 SBS 含量按式（1）计算：

$$C_{SBS} = \frac{m_{SBS}}{m_{SBS} + m_{BIT} + m_{ADD}} \times 100 \% \dots\dots\dots(1)$$

式中：

- C<sub>SBS</sub>——标样中SBS含量（%）；
- m<sub>SBS</sub>——标样中SBS质量（g）；
- m<sub>BIT</sub>——标样中基质沥青质量（g）；
- m<sub>ADD</sub>——标样中稳定剂和其它添加剂质量（g）。

- b) 制作步骤

- 1) 称量基质沥青约 600.0 g（称准至 0.1 g）；用电热套加热并保持温度在 180 °C~185 °C；
- 2) 用高速剪切设备以 2000 r/min~3000 r/min 剪切 10 min；
- 3) 加入 SBS（称准至 0.1 mg），以 4000 r/min~6000 r/min 剪切 45 min。
- 4) 加入稳定剂和其它添加剂（称准至 0.1 mg），以 4000 r/min~6000 r/min 剪切 45 min；
- 5) 自然冷却至室温。

**警告——如果剪切速度变化，可能会产生高温液体溅射现象，危害人身安全。**

- c) 标样数量  
不同 SBS 含量的标样应不少于 5 个。

### 6.1.3 标样测定

标样测定应按下列要求：

a) 标样处理

- 1) 将标样在恒温烘箱中加热至 140 °C~160 °C，标样呈均匀流动、粘稠液体状时，称取约 2.0 g（称准至 0.1 g）置于 100 mL 盛样容器中；
- 2) 待标样温度降至低于 40 °C 后，加入量取的四氯化碳 20 mL~30 mL；玻璃棒搅拌至没有块状物，密封，室温放置 2 h~3 h。

b) 标样红外光谱检测

用溴化钾作为红外透光窗片，按照 GB/T 6040 中固体薄膜法制备标样薄膜。分别测量吸收峰 966  $\text{cm}^{-1}$ 、1377  $\text{cm}^{-1}$  的峰面积  $S_{966}$ 、 $S_{1377}$ ，按式（2）计算 A 值：

$$A = \frac{S_{966}}{S_{1377}} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

A——吸收峰 966  $\text{cm}^{-1}$ 、1377  $\text{cm}^{-1}$  的峰面积比值（精确到 0.001）；

$S_{966}$ ——966  $\text{cm}^{-1}$  吸收峰的峰面积；

$S_{1377}$ ——1377  $\text{cm}^{-1}$  吸收峰的峰面积。

c) 标准 A 值计算

按式（3）计算  $A_s$ 。

$$A_s = \frac{\sum_{i=1}^n A_i}{n} \dots\dots\dots (3)$$

$A_s$ ——标准 A 值，即标样经平行检测得到 A 的算术平均值；

$A_i$ ——第 i 次检测标样得到的 A 值；

$n$ ——平行检测次数， $n$  不小于 5。

- d)  $A_i$  与  $A_s$  相对偏差不超过 5%。若  $A_i$  与  $A_s$  相对偏差超过 5%，则重新检测。

### 6.1.4 标准曲线绘制

标样曲线绘制应按下列要求：

- a) 以  $C_{\text{SBS}}$  为横坐标，对应的  $A_s$  为纵坐标，绘制不同标样的坐标点  $(C_{\text{SBS}}, A_s)$  集合，经线性拟合绘制标准曲线，拟合曲线的线性相关系数应大于 0.99；
- b) 标准曲线的适用范围应满足所采用标样 SBS 含量范围。

## 6.2 改性沥青试样测定

### 6.2.1 试样处理

试样处理应按下列要求：

- a) 将试样在恒温烘箱中加热至 140 °C~160 °C，试样呈均匀流动、粘稠液体状时，称取约 2 g 试样（记为  $m_s$ ，称准至 0.1 mg）置于 100 mL 盛样容器中；
- b) 待试样温度降至低于 40 °C 后，加入量取的四氯化碳 20 mL~30 mL；玻璃棒搅拌至没有块状物，密封室温放置 2 h~3 h；
- c) 将上述溶液过滤，用四氯化碳洗至滤液无色；收集不溶物，在 80 °C 下干燥 5 h，并称量不溶物质量（记为  $m_b$ ，称准至 0.1 mg）；
- d) 收集滤液用于红外光谱检测。

### 6.2.2 试样红外光谱检测

用溴化钾作为红外透光窗片，按照 GB/T 6040 中固体薄膜法制备试样薄膜。分别测量吸收峰  $966\text{ cm}^{-1}$ 、 $1377\text{ cm}^{-1}$  的峰面积  $S_{966}$ 、 $S_{1377}$ ，按式（2）计算 A 值。

### 6.2.3 平均 A 值计算

平均 A 值计算应按下列要求：

- a) 按式（4）计算  $A_m$ 。

$$A_m = \frac{\sum_{j=1}^n A_j}{n} \dots\dots\dots (4)$$

式中：

$A_m$ ——平均 A 值，即试样经平行检测得到 A 的算术平均值；

$A_j$ ——第 j 次检测试样得到的 A 值；

$n$ ——平行检测次数， $n$  不小于 5。

- b)  $A_j$  与  $A_m$  相对偏差不超过 5%。若  $A_j$  与  $A_m$  相对偏差超过 5%，则重新检测。

### 6.2.4 校正 A 值计算

对  $A_m$  进行校正，按式（5）计算  $A_a$ 。

$$A_a = \left(1 - \frac{m_b}{m_s}\right) \times A_m \dots\dots\dots (5)$$

式中：

$A_a$ ——校正 A 值；

$m_b$ ——试样中不溶物质量（g）；

$m_s$ ——试样质量（g）；

$A_m$ ——平均 A 值。

### 6.2.5 试样中 SBS 含量分析

将试样  $A_a$  与标准曲线比对，从标准曲线上获得对应  $C_{SBS}$  值，即为试样中 SBS 含量（wt%）。

## 6.3 检测记录

对标样的制作和测定、试样的测定参见附录 B 记录。

## 7 精密度



在重复性条件下获得的两次独立测定结果的相对误差不超过5%。

## 8 检测报告

8.1 参照附录 C 填写检测报告。

8.2 检测报告中附图可参照附录 D 样图绘制。

附 录 A  
(资料性附录)  
检测委托单样式

表 A.1 给出了检测委托单的样式。

表A.1 检测委托单样式

试样编号：

检测委托单						
编 号						
试样名称		试样数量		委托日期		
委托单位						
工程/项目部名称						
取样人		取样地点		取样日期		
送样人		手机		电话		
联系地址						
检测项目及要求						
试样信息	基质沥青	厂家/型号				
	SBS 改性剂	厂家/型号		含量		
	稳定剂	厂家/型号		含量		
	其它添加剂	<input type="checkbox"/> 有 <input type="checkbox"/> 无				
		名称及含量：				
名称及含量：						
标样制作	自行提供标样制作原材	<input type="checkbox"/> 是	<input type="checkbox"/> 基质沥青 (g) :			
			<input type="checkbox"/> SBS (g) :			
			<input type="checkbox"/> 稳定剂 (g) :			
			<input type="checkbox"/> 其它添加剂 (g) :			
			<input type="checkbox"/> 否	<input type="checkbox"/> 同意按以下原材信息选取标准曲线 基质沥青厂家/型号： SBS厂家/型号： 稳定剂厂家/掺入量： 其它添加剂厂家/型号/掺入量：		
试样保存条件	<input type="checkbox"/> 常规； <input type="checkbox"/> 避光； <input type="checkbox"/> 干燥； <input type="checkbox"/> 低温（   ℃）； <input type="checkbox"/> 其它			保存期限		
检后试样处理	<input type="checkbox"/> 由检方处理； <input type="checkbox"/> 由委托方取走； <input type="checkbox"/> 其它			取样人签字		
报告领取方式	<input type="checkbox"/> 委托方自取； <input type="checkbox"/> 邮寄； <input type="checkbox"/> 其它			取报告人签字		
以上部分有选择的请打“√”。						
备注						

附 录 B  
(资料性附录)  
检测原始记录表样式

表 B.1 和表 B.2 给出了检测原始记录表的样式，表 B.1 用于标样制作和测定。

表B.1 标样检测原始记录表样式

检测单位			
标样检测原始记录			第 页, 共 页
检测记录编号			
标样名称		标样编号	
标样信息	基质沥青厂家/型号: SBS厂家/型号: 稳定剂厂家/掺入量: 其它添加剂厂家/型号/掺入量:		
受检日期		检测日期	
检测仪器		仪器状况	检测前: 检测后:
检测依据			
环境条件	温度 (°C) : 相对湿度 (%) :		
仪器主要工作参数			
原始记录 (包括标样制作、检测、数值计算、谱图绘制分析等, 可另附页)			
检测人		校核人	
检测日期		校核日期	

表 B.2 用于试样测定。

表B.2 试样检测原始记录表样式

<b>检测单位</b>			
试样检测原始记录		第 页, 共 页	
检测记录编号			
试样名称		试样编号	
试样数量		试样外观	
检测要求			
收样日期		检测日期	
检测仪器		仪器状况	检测前: 检测后:
检测依据			
环境条件	温度(℃): 相对湿度(%):		
仪器主要 工作参数			
原始记录(包括试样处理、检测、数值计算、谱图绘制分析、SBS含量确定等,可另附页)			
检测人		校核人	
检测日期		校核日期	

附录 C  
(资料性附录)  
检测报告样式

表 C.1 给出了检测报告的样式。

表C.1 检测报告样式

<h1>检测报告</h1>
报告编号: _____
试样名称: _____
委托单位: _____
检验类别: _____
检测单位

表 C.1 检测报告样式(续)

检测报告			
报告编号		报告第 页, 共 页	
委托单位			
工程/项目部名称			
试样编号			
试样名称		试样数量	
检测项目			
检测依据			
检测仪器			
收样日期		检测日期	
分析检测结果 经检测, 该试样的SBS改性剂含量为 %。			
(盖章) 签发日期: 年 月 日			
检测环境	温度:	湿度:	
说明: 1、本报告任何涂改增删无效, 复印件未加盖检测单位印章无效; 2、试样及检测委托单信息由委托单位提供, 检测单位不负责其真伪; 委托检测结果仅对来样负责; 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;			

批准人:

审核人:

检测人:

表 C.1 检测报告样式(续)

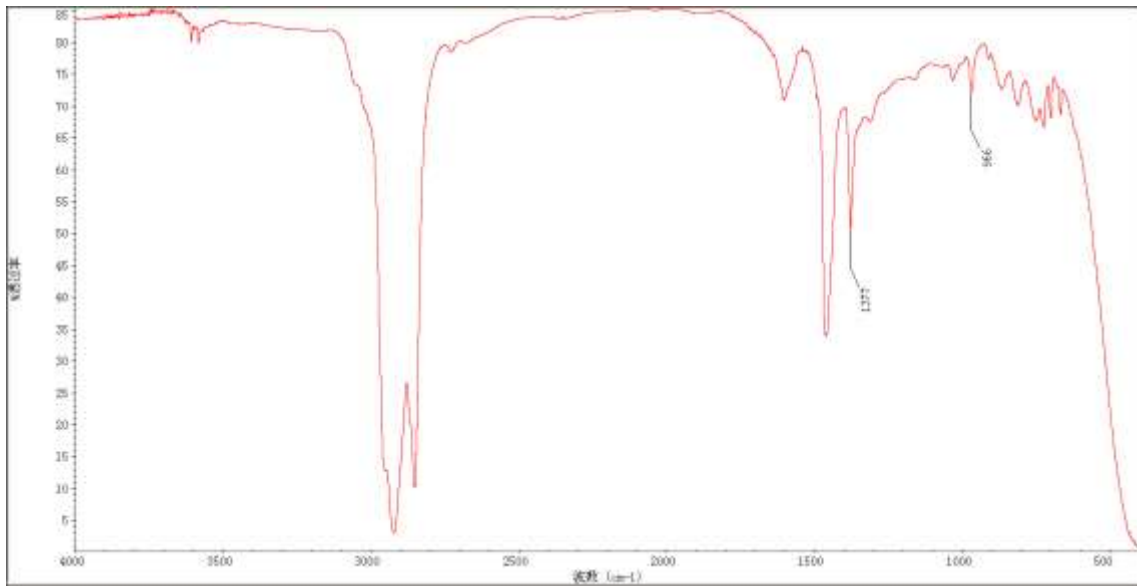
报告编号		报告第 页, 共 页	
试样编号	检测项目	检测结果	备注
附 1: 标准曲线比对图			
附 2: 试样 红外光谱图			

附录 D

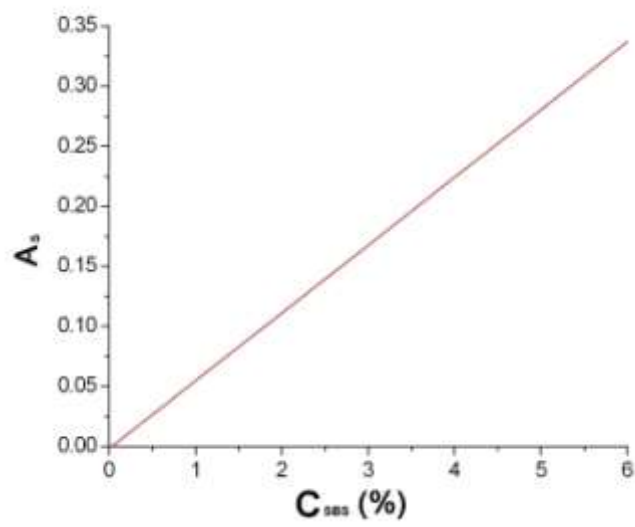
(资料性附录)

SBS 改性沥青红外光谱样图及标准曲线样图

图D.1和图D.2给出了SBS改性沥青红外光谱样图及标准曲线样图。



图D.1 SBS 改性沥青红外光谱样图



图D.2 标准曲线样图