

ICS

点击此处添加中国标准文献分类号

DB37

山 东 省 地 方 标 准

DB 37/ XXXXX—2016

改性沥青 SBS 含量测定法（红外光谱法）

Determination of SBS Content in Modified Bitumen with FTIR

点击此处添加与国际标准一致性程度的标识

（征求意见稿）

— XX — XX 发布

— XX —

发 布

目次

目次..... I

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.....1

5 限制条件.....1

6 试剂与材料.....1

7 仪器与设备.....2

8 标准曲线.....2

9 待检样品处理.....3

10 精密度.....4

11 报告.....4

前 言

本标准按照GB/T 1.1-2009给出的规则起草。
本标准由XXXXXX提出并归口。
本标准起草单位：XXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXX。
本标准主要起草人：XX、XX、XX。

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 改性剂质量百分比为 0.5%~9.0%。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改版（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

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 966cm^{-1} 处的红外特征吸收峰与沥青在 1377cm^{-1} 处的红外特征吸收峰面积的比值，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

四氯化碳：分析纯。

溴化钾盐片。

6.2 材料

滤纸；

称量纸；

7 仪器与设备

7.1 仪器

- (1) 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} 。
- (2) 小型高速剪切设备。

7.2 设备

- (1) 干燥箱，室温~250℃。
- (2) 天平，量程 1000g，感量 0.1g
- (3) 精密天平，100g/0.01mg。
- (4) 红外干燥灯，100W
- (5) 电炉，500W
- (6) 玻璃棒
- (7) 取样勺
- (8) 滤纸
- (9) 烧杯，1000ml
- (10) 量筒，10ml
- (11) 温度计，180℃，精度 0.5℃
- (12) 称量纸

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 计算：

$$\text{SBS 含量} = \frac{m_1}{m_1 + m_2}$$

式中 m_1 为 SBS 的质量，g；
 m_2 为基质沥青的质量，g；

8.1.1 溶剂法

将准确称量的 SBS 与基质沥青（20-30g）共同溶于四氯化碳溶剂中，溶剂体积（mL）为基质沥青质量数的 10 倍，30℃下搅拌 5 小时。将温度升高至 60℃，搅拌直至溶剂挥发完毕，制备得到 SBS 改性沥青标样。

8.1.2 剪切法

准确称量基质沥青 600g，加温至 180-185℃，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 分钟后冷却，制备得到 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

(1) 制样

将标样加热至 140~160℃，搅拌均匀；取适量 SBS 改性沥青标样涂覆于 ATR 试模内。

(2) 测试

① 采用傅里叶红外光谱仪，测定 4000-400cm⁻¹ 范围的红外吸收光谱；

② 同一标样经平行测试次数不少于 5 次，直至相邻 3 次测定的相对误差不超过 5%

(3) 分析

利用红外处理软件对位于 1377cm⁻¹ 和 966cm⁻¹ 处的峰进行峰面积或峰高测定，读取数据。

(4) 计算

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

计算各次测定的 A 值，并计算各个标样的平均 A 值，记为标准 A 值。

8.2.2 标准曲线制作

做标准 A 值与对应 SBS 改性沥青标样中 SBS 含量的关系曲线，做线性拟合，得到标准曲线。试验测定值与拟合曲线相关系数大于 0.99 的标准曲线归入标准曲线数据库。

9 待检样品的测定

按照 8.2.1 方法对待检样品进行红外光谱测试分析。

9.1 待检样品处理

9.1.1 将待检样品加热至 140~160℃，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) 的五倍以上；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；

9.1.2 将上述溶液过滤，用四氯化碳溶剂充分冲洗；收集不溶物，在 80℃ 下干燥 5 小时，并准确称重；

9.1.3 滤液留作红外测试用。

9.2 待检样品含量分析

9.2.1 杂质分析

① 将待检样品加热至 140~160℃，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) 的五倍以上; 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;

② 将上述溶液过滤, 用四氯化碳溶剂充分冲洗; 收集不溶物, 在 80℃下干燥 5 小时, 并准确称重;

9.2.2 待检样品中 SBS 含量的定量

- ① 计算待检 SBS 改性沥青样品的平均 A 值。
- ② 对样品的平均 A 值进行校正:

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

③ 根据待检样品所用的基质沥青及 SBS 原材, 从标准曲线数据库中选取相关标准曲线, 将待检样品的校正 A 值与相应标准曲线进行比对, 从曲线上计算待检样品中 SBS 相对质量百分比含量。

10 精密度

实验室内重复性测量相对标准偏差为 ±5%。

11 报告

试验报告应包括以下内容:

- a. 试样来源及编号;
- b. 标样来源;
- c. 仪器型号及测试参数;
- d. SBS 改性剂含量定量结果;
- e. 测试单位、测试者和测试日期。