

ICS 93.080.01

R 04



中华人民共和国交通运输行业标准

JT/T 1329—2020

SBS 改性沥青改性剂含量测试方法 红外光谱法

Test method for SBS content of polymer modified asphalt
—Infrared spectrum method

2020-07-31 发布

2020-11-01 实施

中华人民共和国交通运输部 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	2
5 仪器设备与材料要求	2
6 标准样品制备	3
7 试验准备	3
8 测试步骤	4
参考文献	5

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由全国交通工程设施(公路)标准化技术委员会(SAC/TC 223)提出并归口。

本标准起草单位:交通运输部公路科学研究所、江西省高速公路投资集团有限责任公司、重庆建工集团股份有限公司、新疆维吾尔自治区交通建设管理局、重庆交通大学、东南大学、中路高科(北京)公路技术有限公司。

本标准主要起草人:钟科、俞文生、刘国强、谢晓如、李刚、黄文红、邹辉杰、文旭卿、戴程琳、包卫星、曹东伟、张海燕、何兆益、罗桑、常荣华、孙明志。

SBS 改性沥青改性剂含量测试方法 红外光谱法

原创力文档

1 范围

max.book118.com

本标准规定了红外光谱法测定 SBS 改性沥青改性剂含量测试的原理、仪器设备与材料、标准样品制备、试验准备、测试步骤等要求。

本标准适用于 SBS 改性沥青在型式检验和出厂检验环节改性剂含量的测定。

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。

JT/T 1177 改性沥青 SBS 含量测定仪

JTG E20 公路工程沥青及沥青混合料试验规程

原创力文档

max.book118.com

3 术语和定义

预览与源文档一致,下载高清无水印

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

苯乙烯-丁二烯-苯乙烯嵌段共聚物(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,可用作沥青改性剂。

[GB/T 27561—2011,定义 3.1]。

3.2

SBS 含量 SBS content

SBS 改性剂占改性沥青总量的质量百分数。

[JT/T 1177—2017,定义 3.1]。

原创力文档

max.book118.com

3.3

预览与源文档一致,下载高清无水印

入射辐射通量 incident flux

射到介质表面的辐射通量。

[GB/T 8322—2008,定义 2.6]。

3.4

透射辐射通量 transmitted flux

从介质内部出射的辐射通量。

[GB/T 8322—2008,定义 2.7]。

3.5

吸光度 absorbance

入射辐射通量 I_0 与透射辐射通量 I_1 比值的以 10 为底的对数,即 $\lg(I_0/I_1)$ 。

注:改写 GB/T 8322—2008,定义 2.10。

原创力文档

max.book118.com

预览与源文档一致,下载高清无水印

3.6

SBS 含量的标准工作曲线 standard working curve for SBS content

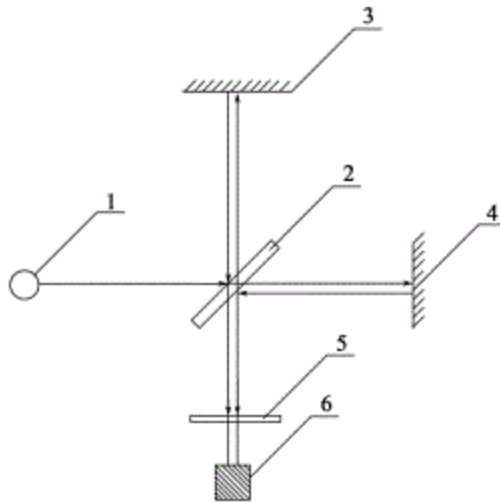
由系列已知 SBS 含量的改性沥青标准样品的红外光谱图,确定各标准样品指定特征峰的面积比值

(y)。用系列标准样品的 y 值,对相应标准样品的 SBS 含量(x)拟合的曲线。

注:改写 JT/T 1177—2017,定义 3.3。

4 原理

根据待测改性沥青样品特征官能团红外吸收强度与物质浓度的正比关系,建立特征官能团红外吸收强度与 SBS 改性剂含量的关系曲线,通过代入测试得到的特征官能团红外吸收强度,推算改性沥青中 SBS 改性剂含量。红外光谱仪光路示意图如图 1 所示。



说明:

- | | |
|----------|---------|
| 1——红外光源; | 4——动镜; |
| 2——分束器; | 5——样品; |
| 3——固定镜; | 6——检测器。 |

图 1 红外光谱仪光路示意图

5 仪器设备与材料要求

5.1 仪器设备

- 5.1.1 电子天平:量程 0~3 000g、分度值不大于 0.1g,1 台;量程 0~500g、分度值不大于 0.001g,1 台。
- 5.1.2 烘箱:控温范围为 25℃~200℃,装有温度控制调节器。
- 5.1.3 沥青盛样容器:可加热的、密封带盖的广口金属容器(如罐、桶等),容量不小于 1 000mL,不少于 5 个。
- 5.1.4 高速剪切机:不锈钢工作头,转速可调节,最大转速不小于 10 000r/min,1 次处理量不少于 1 000mL。
- 5.1.5 SBS 含量测定仪器组成及其读取特征吸收峰面积的功能应符合 JT/T 1177 的要求。
- 5.1.6 水银温度计:测温范围 0~200℃,分度值 1℃。
- 5.1.7 玛瑙研钵、研磨棒:将溴化钾碎晶研磨成纯粉体溴化钾使用的器具。
- 5.1.8 压片机:最大压力不小于 8t。
- 5.1.9 模具:由底座、模具框、顶盖等组成,用于载体片的制作。
- 5.1.10 其他:红外干燥灯、加热套、小电炉、镊子、涂抹棒等。

5.2 材料

- 5.2.1 溴化钾:溴化钾纯度需达到光谱纯级别,在使用过程中应保持干燥状态。
- 5.2.2 载体片:由溴化钾粉末压制而成,用作均匀刮涂沥青样本的载体。
- 5.2.3 制作标准样品的原料(基质沥青、SBS 改性剂及其他添加剂)应与待测试改性沥青试样一致。

6 标准样品制备

6.1 标准样品中 SBS 含量计算

标准样品中 SBS 含量按公式(1)计算。

$$X_{\text{SBS}} = \frac{m_{\text{SBS}}}{m_{\text{SBS}} + m_1 + m_2} \times 100\% \quad (1)$$

式中: X_{SBS} ——标准样品中 SBS 含量;

m_{SBS} ——标准样品中 SBS 质量,单位为克(g);

m_1 ——标准样品中基质沥青质量,单位为克(g);

m_2 ——标准样品中稳定剂和其他添加剂质量,单位为克(g)。

6.2 标准样品制作步骤

标准样品制作步骤如下:

- 依据 JTG E20 中规定的方法进行取样,基质沥青取样数量应不少于 3kg;
- 用电子天平称量基质沥青 500g ~ 600g,准确至 0.1g,加热并控温至 $(160 \pm 5)^\circ\text{C}$,并充分搅拌;
- 根据所配置不同 SBS 含量改性沥青的组数,称量多组相应质量的 SBS 改性剂用于制作标准试样,SBS 称量准确至 0.001g;
- 向沥青盛样容器逐渐掺入 SBS 改性剂颗粒,对标准试样用高速剪切机以 6 000r/min ~ 7 000r/min 速率剪切不少于 90min,控温至 $(175 \pm 5)^\circ\text{C}$;
- 然后将标准试样放入搅拌机,并将搅拌机放入控温至 $(175 \pm 5)^\circ\text{C}$ 的加热套之中,按与待测样品相同的类型和比例加入其他添加剂,准确至 0.001g,继续搅拌发育不少于 90min,关闭搅拌机和电热套,将发育好的 SBS 改性沥青自然冷却至室温备用;
- 不同 SBS 含量(范围为 2% ~ 6%)的改性沥青标准样品不少于 5 组(每组含量在范围内均匀分布),且每组不少于 5 个样品。

7 试验准备

7.1 将标准样品在恒温烘箱中加热至 $(170 \pm 5)^\circ\text{C}$,标准样品呈均匀流动、黏稠液体状。

7.2 采用压片机将光谱纯溴化钾粉体压制成厚度均匀、光洁透明的载体片备用,溴化钾粉末用量约 150mg。

7.3 启动仪器待用,并设定操作条件如下:

- 波数范围: $400\text{cm}^{-1} \sim 4\,000\text{cm}^{-1}$;
- 分辨率: 8cm^{-1} ;
- 扫描次数: 64 ~ 128 次。

8 测试步骤

8.1 标准样品

8.1.1 标准样品的测试步骤如下:

- 将压制好的空白溴化钾载体片放置到样品架上,然后将样品架放入红外光谱仪样品室进行背景扫描测试;
- 取适量标准样品涂抹于溴化钾晶片上,涂抹平整,沥青膜需均匀覆盖整个溴化钾晶体上表面,厚度控制 $0.1\text{mm} \sim 0.5\text{mm}$,冷却至室温,放置于红外光谱仪样品架中,将样品架放入红外光谱仪样品室进行测试;
- 保存计算机测试结果,并根据所得到的红外光谱图,采用积分算法计算基线校正后的特征吸收峰面积;
- 依次将每个标准样品按照 8.1.1b) 和 8.1.1c) 的方法进行测试;
- 根据红外光谱仪测试的光谱图,分别计算 $966\text{cm}^{-1} \pm 2\text{cm}^{-1}$ 处吸收峰面积 S_A 、 $812\text{cm}^{-1} \pm 2\text{cm}^{-1}$ 处吸收峰面积 S_B ,按公式(2)计算 Y 值:

$$Y = \frac{S_A}{S_A + S_B} \quad (2)$$

式中: Y —— $966\text{cm}^{-1} \pm 2\text{cm}^{-1}$ 吸收峰面积与 $966\text{cm}^{-1} \pm 2\text{cm}^{-1}$ 及 $812\text{cm}^{-1} \pm 2\text{cm}^{-1}$ 吸收峰面积和的比值(精确至0.001);

S_A —— $966\text{cm}^{-1} \pm 2\text{cm}^{-1}$ 吸收峰面积(精确至0.001),单位为平方厘米(cm^2);

S_B —— $812\text{cm}^{-1} \pm 2\text{cm}^{-1}$ 吸收峰面积(精确至0.001),单位为平方厘米(cm^2)。

- 标准 Y_j 值,按公式(3)计算:

$$Y_j = \frac{\sum_{i=1}^n Y_i}{n} \quad (3)$$

式中: Y_j ——标准 Y 值,即标准样品经平行测试得到 Y 的平均值;

Y_i ——第 i 次测试得到的 Y 值;

n ——平行测试次数, n 不小于5。

- 单个测定值(Y_i)的允许误差为平均值(Y_j)的5%,若超过5%,则应重新测定。

8.1.2 标准曲线绘制

8.1.2.1 以 X_{SBS} 为横坐标,对应的 Y_j 为纵坐标,绘制不同标准样品的坐标点(X_{SBS}, Y_j)集合,经拟合绘制标准曲线,得到峰面积比值和SBS含量间的关系式,线性相关系数应大于0.995。

8.1.2.2 标准曲线适用范围应涵盖待测试样的SBS含量范围。

8.2 待测样品

8.2.1 待测样品测试步骤同 8.1.1a)、b)、c)、e)、f)。

8.2.2 根据待测样品 Y_j 值及标定的标准工作曲线,将 Y_j 值代入已建立的线性回归方程,得到对应的 X_{SBS} 值,即为待测样品中SBS含量。

8.2.3 数据处理要求如下:

- 同一样品需进行5次平行测试,其中某个测试值的允许误差不超过5次测试结果平均值的3%,取5次测试结果的平均值作为试样的SBS含量;
- 若有1个测试值误差超过平均值的3%,则舍去该测试值,取其他4个测试值的平均值为试样的SBS含量;
- 若有2个或2个以上试样测试值误差超过平均值的3%,则重新进行测试。

参 考 文 献

- [1] GB/T 8322—2008 分子吸收光谱法 术语
 - [2] GB/T 27561—2011 苯乙烯-丁二烯-苯乙烯嵌段共聚物(SBS)胶粘剂
-