ICS 93.080
CCS P66

DB32

江　苏　省　地　方　标　准

DB 32/T 4340—2022

沥青红外光谱法相似度识别与 SBS 含量试验检测规程

Technical code for infrared spectrum identification of asphalt similarity and determination of SBS content

2022 - 09 - 06 发布　　2022 - 10 - 06 实施

江苏省市场监督管理局　　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 仪器设备和材料 2
5 沥青相似度识别 2
6 SBS 含量测试 3
7 数据处理和结果判定 4
8 检测记录和报告 5
附录 A（资料性） 沥青相似度识别试验检测记录表 6
附录 B（资料性） 改性沥青 SBS 含量试验检测记录表 7
附录 C（资料性） 检测报告样式 9
附录 D（资料性） SBS 改性沥青红外光谱样图及基准曲线样图 11

前　　言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则　第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由江苏省交通运输厅提出并归口。

本文件起草单位：江苏省交通工程建设局、江苏东交智控科技集团股份有限公司、江苏煜顺工程检测技术服务有限公司、江苏省交通工程集团有限公司、徐州市公路工程总公司。

本文件主要起草人：蒋振雄、刘世同、王捷、刘朝晖、张苏龙、陆宇、潘卫育、邵学富、杨光昊、陈广辉、曹小青、周明利、余雪娟、沈辉、朱加军、孙发源、郁炳生、张孝胜、王祥波、李华、王彤、张南童、毛益佳、张洋、潘芳、赵喆、马凌、叶炜、赵松、王彬彬、秦友歌、吴超、王亚昀、宋亚洲、蔡永清。

沥青红外光谱法相似度识别与 SBS 含量试验检测规程

1 范围

本文件规定了红外光谱法识别沥青相似度与SBS含量试验检测的仪器设备和材料、沥青相似度识别、SBS含量测试、数据处理和结果判定、检测记录和报告等要求。

本文件适用于傅里叶变换红外光谱法识别沥青相似度与测定改性沥青中SBS含量。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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/T21186 傅里叶变换红外光谱仪

JTG E20 公路工程沥青及沥青混合料试验规程

JTG F40 公路沥青路面施工技术规范

3 术语和定义

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

一种高分子聚合物，可用作沥青改性剂。

3.2

沥青相似度检测基准样品 reference sample for asphalt similarity identification

用于评价沥青相似度的基准道路石油沥青或 SBS 改性沥青样品。

注：基准样品是指供需双方共同认可的沥青样品。

3.3

SBS改性沥青基准样品 reference sample of SBS modified asphalt

按照供应厂家生产工艺制备的 SBS 改性剂含量已知的 SBS 改性沥青样品。

3.4

ATR附件 attenuated total reflectance accessory

用 ATR（衰减全反射）技术进行红外光谱试验的晶体。

3.5

基准光谱 reference spectra for sample

对沥青相似度基准样品进行红外光谱检测获得的红外光谱母本。

4 仪器设备和材料

4.1 一般规定

4.1.1 傅里叶变换红外光谱仪作业环境温度应为 15℃~35℃、相对湿度不大于 65%。
4.1.2 傅里叶变换红外光谱仪等仪具应经法定计量部门检校合格并在有效期内。

4.2 仪器设备要求

4.2.1 傅里叶变换红外光谱仪：分辨率不低于 0.5cm^{-1}，波数范围：4000cm^{-1}~400cm^{-1}，信噪比不低于 30000:1。
4.2.2 ATR 附件：傅里叶变换红外光谱仪应配备 ATR 附件，ATR 附件晶片宜采用硒化锌或锗材料制作。
4.2.3 高速剪切设备：应采用不锈钢工作头，转速可任意调节，最大转速不小于 10000r/min，1 次处理量应不少于 1000mL 能力。
4.2.4 恒温烘箱：工作温度为 25℃~200℃，装有温度控制调节器。
4.2.5 沥青盛样容器：可加热、密封带盖的容量 1000mL 广口金属容器（如罐、桶等）不少于 5 个。
4.2.6 电子天平：最大称量 200g、精度 0.0001g，1 台；最大称量 1000g、精度 0.1g，1 台。
4.2.7 水银温度计：测温范围 0℃~200℃或 0℃~300℃，分度值 1℃。
4.2.8 灰刀或者平头铲：无毛刺。
4.2.9 其他仪具：电热套。

4.3 材料要求

4.3.1 清洗剂：宜采用无水乙醇或者丙酮。
4.3.2 沥青相似度检测基准样品质量应符合 JTG F40 规定的要求。

5 沥青相似度识别

5.1 沥青相似度检测基准样品准备

5.1.1 沥青相似度检测基准样品信息应包括但不限于：沥青生产厂家、沥青型号、生产日期、取样日期、取样工程项目名称及标段。
5.1.2 现场沥青取样：应依据 JTG E20 中 T0601 的要求进行取样。
5.1.3 试验室沥青取样：采用恒温烘箱加热，70#道路石油沥青加热温度应控制在 135℃~140℃，SBS 改性沥青加热温度应采用 155℃~165℃，保温时间应为 20min~30min。沥青加热次数应≤2 次，搅拌均匀后再进行取样。

5.2 样品基准光谱建立

5.2.1 试验准备步骤如下：

a）将沥青样品在恒温烘箱中加热至5.1.3规定的温度，使沥青样品呈均匀流动、粘稠液体状后取样；

b）启动傅里叶红外光谱仪进行自检，自检合格后待用，并设定检测波数范围：4000cm^{-1}~400cm^{-1}，分辨率：4cm^{-1}。

5.2.2 样品基准光谱的测试步骤如下：

a）采用清洗剂清洁ATR晶片，待液体完全挥发后进行背景扫描测试；

b）使用加热后的平头铲蘸取适量融化的沥青样品，均匀涂抹在清洗干净的ATR晶片表面；

c）确保沥青样品完全覆盖ATR晶片并无气泡产生，冷却2~3min，避免污染；

d）将ATR晶片放置于红外光谱样品架中，将样品架放入红外光谱仪样品室进行测试；

e）保存测试结果，所得到的红外光谱图中应标识出沥青样品的特征官能团的位置和峰高信息。

5.3 沥青相似度比对

5.3.1 将比对沥青样品按 5.2 的试验步骤测试得到红外光谱。

5.3.2 采用设备对应的红外光谱分析软件，计算比对样品与基准样品红外光谱的相似度值。

6 SBS 含量测试

6.1 SBS 改性沥青基准样品制备

6.1.1 原料采集

采集改性沥青生产厂家制备 SBS 改性沥青的基质沥青、SBS 改性剂、稳定剂与其他添加剂等原材料，确保与生产时采用的材料一致。

6.1.2 SBS 含量计算

SBS改性沥青基准样品中SBS含量按公式（1）计算：

$$C_{SBS} = \frac{m_{SBS}}{m_{SBS}+m_{Brr}+m_{ADD}} \quad \cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots（1）$$

式中：

C_{SBS}——SBS改性沥青基准样品中SBS含量（%）；

m_{SBS}——SBS改性沥青基准样品中SBS质量，单位为克（g）；

m_{Brr}——SBS改性沥青基准样品中基质沥青质量，单位为克（g）；

m_{ADD}——SBS改性沥青基准样品中稳定剂和其他添加剂质量，单位为克（g）。

6.1.3 SBS 改性沥青基准样品制作步骤如下：

a）依据JTG E20中规定的方法进行取样，基质沥青取样数量不少于3kg；

b）用电子天平称量基质沥青500g~600g，精确至0.1g，加热并控制温度在155℃~165℃，并充分搅拌；

c）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SBS改性沥青基准样品，SBS改性剂称量准确至0.001g；

d）向沥青盛样容器逐渐掺入SBS改性剂，对基准样品用高速剪切机以6000r/min~7000r/min速率剪切不少于90min，控制温度在170℃~180℃；

e）然后将SBS改性沥青基准样品放入搅拌机，并将搅拌机放入温度控制在170℃~180℃的加热套中，按与待测样品相同的类型和比例加入稳定剂和其他添加剂，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改性沥青基准样品自然冷却至室温备用；

f）应制作不少于5组不同SBS含量（间隔0.3%~0.5%）的SBS改性沥青基准样品，且应覆盖待测改性沥青中的SBS含量，每组不少于5个样品。

注：制作的SBS改性沥青基准样品应覆盖待测改性沥青中的SBS含量。例如，当所需检测改性沥青SBS含量为4.0%左右时，SBS改性沥青基准样品的SBS含量宜选择3.4%、3.7%、4.0%、4.3%、4.6%或3.0%、3.5%、4.0%、4.5%、5.0%。

6.2 基准曲线建立

6.2.1　将 SBS 改性沥青基准样品在恒温烘箱中加热至均匀流动、粘稠液体状，以 155℃~165℃为宜。

6.2.2　按 5.2.2 的步骤对不同 SBS 含量的 SBS 改性沥青基准样品进行红外光谱试验，在红外光谱图中分别测量 966cm^{-1}、1377cm^{-1} 处吸收峰的峰面积 S_{966}、S_{1377}，按公式（2）计算 A 值：

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

式中：

A—— 966cm^{-1}与1377cm^{-1}处吸收峰的峰面积比值（精确到0.001）；

S_{966}—— 966cm^{-1}处吸收峰的峰面积；

S_{1377}—— 1377cm^{-1}处吸收峰的峰面积。

6.2.3　按公式（3）计算 A_s。

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

式中：

A_s——基准A值，即SBS改性沥青基准样品经平行检测得到A的算术平均值；

A_i——第i次检测基准样品得到的A值；

n——平行检测次数，n不小于5。

6.2.4　A_i 与 A_s 相对偏差应不超过 5%，否则重新检验或增加检测次数。

6.2.5　以 C_{SBS} 为横坐标，对应的 A_s 为纵坐标，绘制不同 SBS 改性沥青基准样品的坐标点（C_{SBS}，A_s）集合，经线性拟合绘制基准曲线，拟合曲线的线性相关系数应大于 0.99。

6.2.6　基准曲线适用范围应覆盖待测样品的 SBS 含量范围。

6.3　SBS 含量测定

6.3.1　按 5.2.2 的步骤对待测样品进行红外光谱检测，在获得的红外光谱图中分别测量 966cm^{-1}、1377cm^{-1} 处吸收峰的峰面积，按式（2）、式（4）分别计算 A、A_m 值：

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

式中：

A_m——平均A值，即待测样品经平行检测得到A的算术平均值；

A_j——第j次检测待测样品得到的A值，A_j与A_m相对偏差不得超过5%，否则重新检测或增加检测次数；

n——平行检测次数，n不小于5。

6.3.2　根据待测样品 A_m 值及标定的基准曲线，将 A_m 值代入已建立的线性回归方程，得到对应的 C_{SBS} 值，即为待测样品中 SBS 含量。

7　数据处理和结果判定

7.1　数据处理

7.1.1　沥青相似度测试数据处理要求如下：

a）同一比对样品应进行3次平行试验，3次测定值误差均不超过3次测定值平均值的3%时，取3次测试结果的平均值作为比对样品的相似度值；

b）若有1个测定值误差超过3次测定值平均值的3%时，则舍去该测定值，取其他2个测定值的平均值作为比对样品的相似度值；

c）若有2个测定值误差超过3次测定值平均值的3%时，则重新进行测试。

7.1.2 SBS 含量测试数据处理要求如下：

a）同一待测样品应进行3次平行试验，3个测定值误差均不超过3次测定值平均值的3%时，取3次测试结果的平均值作为待测样品的SBS含量；

b）若有1个测定值误差超过平均值的3%时，则舍去该测定值，取其他2个测定值的平均值作为待测样品的SBS含量；

c）若有2个测定值误差超过3次测定值平均值的3%时，则重新进行测试。

7.1.3 重复性试验的允许误差为 5%，再现性试验的允许误差为 6%。

7.2 结果判定

比对样品与沥青相似度检测基准样品红外光谱的相似度值≥98%时，应视为比对样品与沥青相似度检测基准样品一致。

8 检测记录和报告

8.1 检测记录

8.1.1 《沥青相似度识别试验检测记录表》宜符合附录 A 要求。

8.1.2 《基准曲线建立试验记录表》、《改性沥青 SBS 含量检测试验记录表》宜符合附录 B 要求。

8.2 检测报告

8.2.1 《沥青相似度识别试验检测报告》、《改性沥青 SBS 含量试验检测报告》宜符合附录 C 要求。

8.2.2 检测报告中附图宜参照附录 D 样图绘制。

附　录　A

（资料性）

沥青相似度识别试验检测记录表

表 A.1 给出了沥青相似度识别试验的记录表。

表A.1 沥青相似度识别试验记录表

委托单位		建设单位	
工程名称		监理单位	
样品名称		检测类型	
样品数量		规格型号	
生产厂家		送样日期	
送样人		见证人	
样品状态		试验日期	
检测环境		使用部位	
检测单位		报告编号	
检测项目			
检测仪器		检测依据	
试样编号	检测样品的红外光谱图与基准样品比较		相似度计算结果（%）
1			
2			
3			
相似度平均值（%）			
备注：			
检测：　　审核：　　签发：			

附　录　B

（资料性）

改性沥青 SBS 含量试验检测记录表

表B.1和表B.2给出了SBS含量测定试验的记录表。

表B.1 基准曲线建立试验记录表

委托单位		建设单位	
工程名称		监理单位	
样品名称		检测类型	
样品数量		规格型号	
生产厂家		送样日期	
送样人		见证人	
样品状态		试验日期	
检测环境		使用部位	
检测单位		报告编号	
检测项目			
检测仪器		检测依据	
基准样品信息	基质沥青厂家/型号： SBS 厂家/型号： 稳定剂厂家/型号/含量： 其他添加剂厂家/型号/含量：		
编号	SBS 含量	A 值大小	
1			
2			
3			
4			
5			
基准曲线建立与回归公式			
备注：			
检测：	审核：	签发：	

表B.2 改性沥青样品SBS含量检测试验记录表

委托单位		建设单位	
工程名称		监理单位	
样品名称		检测类型	
样品数量		规格型号	
生产厂家		送样日期	
送样人		见证人	
样品状态		试验日期	
检测环境		使用部位	
检测单位		报告编号	
检测项目			
检测仪器		检测依据	

编号	966cm^{-1}的峰面积	1377cm^{-1}的峰面积	A 值大小
1			
2			
3			
4			
5			
平均值 A_m			
基准曲线的回归公式			
SBS 含量计算结果（%）			

备注：

检测：　　审核：　　签发：

附　录　C

（资料性）

检测报告样式

表 C.1 和表 C.2 给出了沥青相似度识别试验和 SBS 含量试验检测报告的样式。

表C.1 沥青相似度识别试验检测报告

<table>
<tr><td>委托单位</td><td></td><td>建设单位</td><td></td></tr>
<tr><td>工程名称</td><td></td><td>监理单位</td><td></td></tr>
<tr><td>样品名称</td><td></td><td>检测类型</td><td></td></tr>
<tr><td>样品数量</td><td></td><td>规格型号</td><td></td></tr>
<tr><td>生产厂家</td><td></td><td>送样日期</td><td></td></tr>
<tr><td>送样人</td><td></td><td>见证人</td><td></td></tr>
<tr><td>样品状态</td><td></td><td>试验日期</td><td></td></tr>
<tr><td>检测环境</td><td></td><td>使用部位</td><td></td></tr>
<tr><td>检测单位</td><td></td><td>报告编号</td><td></td></tr>
<tr><td>检测项目</td><td colspan="3"></td></tr>
<tr><td>检测仪器</td><td></td><td>检测依据</td><td></td></tr>
<tr><td>编号</td><td>测试值（%）</td><td colspan="2">检测结果</td></tr>
<tr><td></td><td></td><td colspan="2" rowspan="3"></td></tr>
<tr><td></td><td></td></tr>
<tr><td></td><td></td></tr>
<tr><td>检测结论</td><td colspan="3"></td></tr>
<tr><td colspan="4">备注：</td></tr>
<tr><td colspan="4">检测：　　审核：　　签发：</td></tr>
</table>

表C.2 改性沥青SBS含量试验检测报告

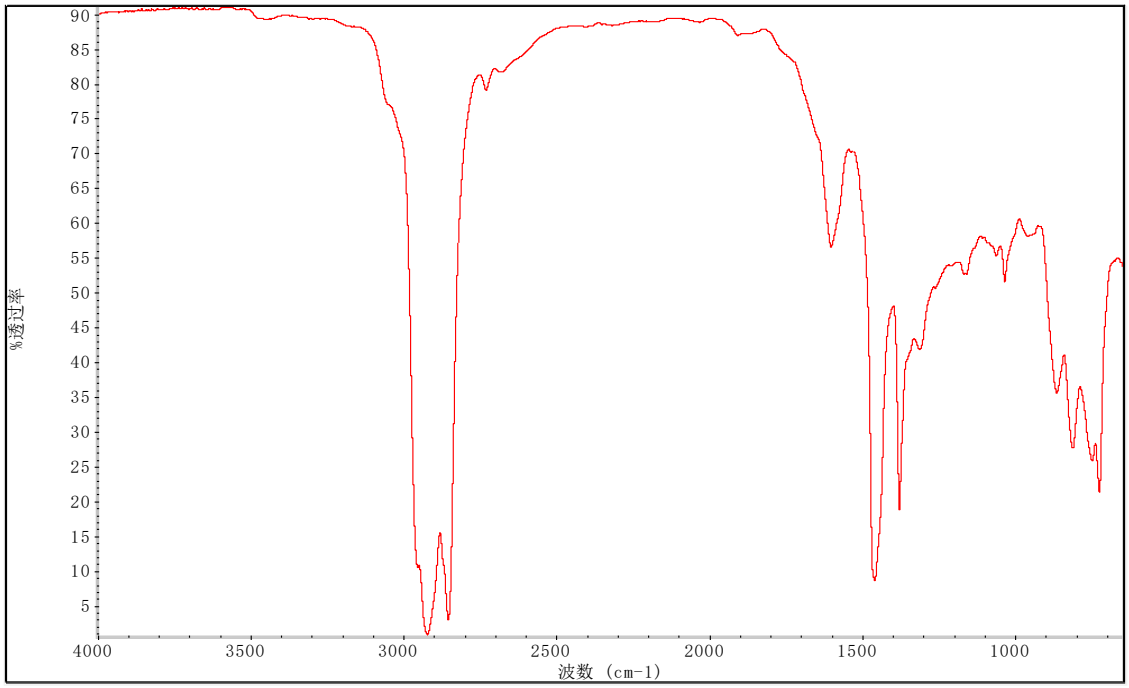
委托单位		建设单位	
工程名称		监理单位	
样品名称		检测类型	
样品数量		规格型号	
生产厂家		送样日期	
送样人		见证人	
样品状态		试验日期	
检测环境		使用部位	
检测单位		报告编号	
检测项目			
检测仪器		检测依据	
SBS 含量（%）			
检测结论			
备注：			
检测：	审核：	签发：	

附 录 D

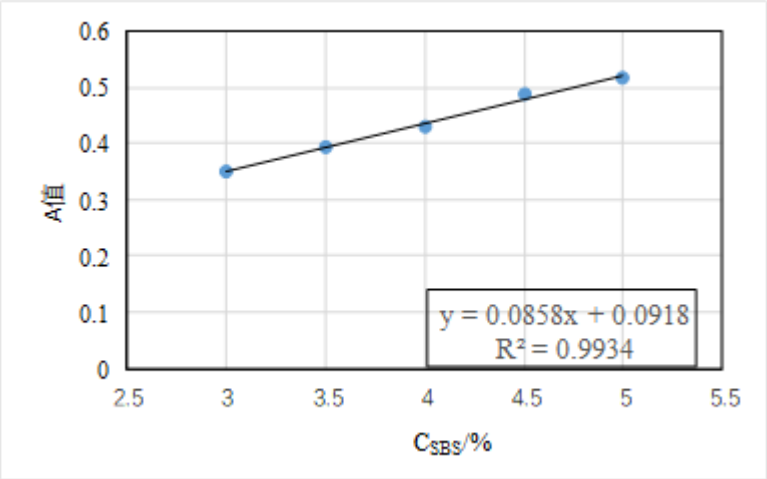
（资料性）

SBS 改性沥青红外光谱样图及基准曲线样图

图D.1和图D.2给出了SBS改性沥青红外光谱样图及基准曲线样图。



图D.1　SBS改性沥青红外光谱样图



图D.2 基准曲线样图