

ICS 93.080.20

P 66

备案号:



中华人民共和国交通运输行业标准

JT/T 1177—2017

改性沥青 SBS 含量测定仪

SBS content tester for modified asphalt

2017-11-16 发布

2018-03-31 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 产品结构组成和工作原理	2
5 技术要求	3
6 试验方法	3
7 检验规则	3
8 标志、包装、运输和储存	4
9 附录 A（规范性附录） 标准工作曲线制作方法	6

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/T C223)提出并归口。

本标准起草单位:交通运输部公路科学研究院、广西交通工程质量监督站、北京奥克瑞检测技术有限公司、中路高科(北京)公路技术有限公司、河北曲港高速公路开发有限公司、天津市市政公路工程质量监督站。

本标准主要起草人:张海燕、曹东伟、梁军林、赵文忠、钟科、张方方、夏磊、鲁荣利、范勇军、张宏昆、张艳君、于斌、张永明、张超、熊建平、訾建峰、王显赫。

改性沥青 SBS 含量测定仪

1 范围

本标准规定了改性沥青 SBS 含量测定仪的产品结构组成和工作原理、技术要求、试验方法、检验规则,以及标志、包装、运输和储存要求。

本标准适用于利用红外光谱法测定改性剂含量的改性沥青 SBS 含量测定仪的生产、检验和使用。

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 13384	机电产品包装通用技术条件
GB/T 21186—2007	傅里叶变换红外光谱仪
GB/T 6040	红外光谱分析方法通则
JTG E20	公路工程沥青及沥青混合料试验规程

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1 SBS 含量 SBS content

改性剂 SBS 占改性沥青总量的质量百分数。

3.2 吸光度 absorbance

光线通过 SBS 改性沥青样品前的入射光强度(I_0)与光线通过 SBS 改性沥青样品后的透射光强度(I_1)的比值(I_0/I_1)以 10 为底的对数[即 $\lg(I_0/I_1)$]。

注:改写 GB/T 8322—2008,术语 2.10。

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

使用至少 5 个已知 SBS 含量的标准改性沥青样品,测试各样品的吸光度,以 SBS 含量(x)为横坐标,以吸光度(y)为纵坐标,进行线性拟合得到的直线。

3.4 衰减全反射(ATR)测试方法 attenuated total reflection method

对于高吸收样品(SBS 改性沥青)或样品表面的测试方法,红外光以大于临界角的角度入射到紧贴样品表面的高折射指数晶体时,由于样品折光指数低于晶体,发生全反射,红外光只进入样品极浅的表层,只有某些频率被吸收,测量这一被衰减了的辐射即得到样品的衰减全反射光谱。

注:改写 GB/T 6040—2002,定义 3.10。

4 产品结构组成和工作原理

4.1 结构组成

产品结构由主机和附属制样装置组成。

4.1.1 主机的基本结构

SBS 含量测定仪由红外光谱仪、计算机和显示器组成。红外光谱仪部分由光源、干涉仪、样品室和检测器组成。主机基本结构见图 1。

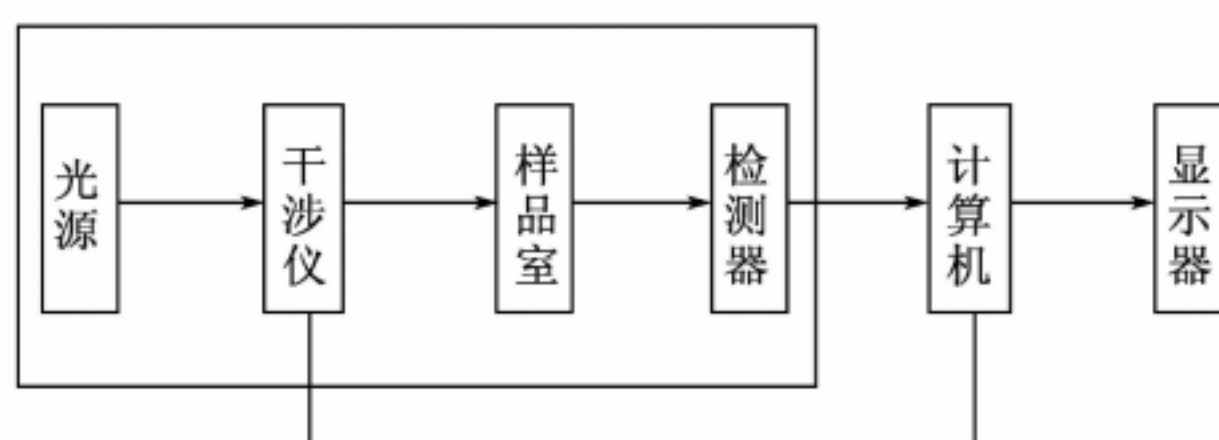


图 1 主机基本结构

4.1.2 附属制样装置

附属制样装置主要由压片装置、液体样品池和 ATR 测定装置组成,各装置的功能如下:

- a) 压片装置:透过测定时,把粉末样品添加溴化钾等卤化碱金属盐,加压成型,制成片剂的设备;
- b) 液体样品池:测定液体样品;
- c) ATR 测定位置:测定高吸收样品或样品表面。

4.2 工作原理

当红外辐射与物质分子有选择性地相互作用时,分子会吸收或发射一定频率的红外辐射。SBS 含量测定仪主机中红外光谱仪就是记录这种吸收或发射电磁波的仪器,得到的是以等间隔波数为横坐标、吸光度为纵坐标表示的谱图,即为红外光谱图。不同种类的 SBS、道路石油沥青及不同含量的 SBS 改性沥青样品对红外辐射的吸收不同,其红外光谱图也不相同;吸收光谱的谱带强度服从朗伯-比尔定律,是利用红外光谱法测定改性剂 SBS 含量的理论依据。利用物质吸收或发射红外光谱原理,可以对物质进行定量分析。

测试过程如下:

- a) 计算机控制光谱仪内的干涉仪及检测器,经对检测器的信号做傅里叶变换处理得到光强谱图数据。
- b) 被测样品的红外光谱图,分两步测量完成:
 - 1) 样品室中样品架上放置空白溴化钾片时,测量本底光强谱图数据;
 - 2) 溴化钾片涂覆被测样品后随样品架放入样品室,测量被测样品光强谱图数据。
- c) 计算机计算被测样品对各波长的吸光度,并将测量波长范围内的吸光度传输给显示器,呈现出样品的红外光谱图。
- d) 在谱图上选定一个特征基团吸收峰及一个参考基团吸收峰,并计算前者与后者的吸光度比。该比值与特征峰所属成分在样品中的含量成正比。

5 技术要求

5.1 整机的技术要求

改性沥青 SBS 含量测定仪主机应符合 GB/T 21186—2007 中第 3 章的要求。

5.2 标准工作曲线

5.2.1 标准工作曲线制作应符合附录 A 的要求。

5.2.2 针对每批检测样品,预先制备不同含量的标准样品,使用 SBS 含量测定仪对各标准样品的 SBS 含量进行测定,对于同一改性沥青样本重复测试 5 次,SBS 含量最大值与最小值之差应不大于 0.2%,制作吸光度与 SBS 含量的标准工作曲线。该标准工作曲线的相关系数应不小于 0.999。

6 试验方法

6.1 试验用仪器设备及试验准备

- a) 仪器在试验前应预热 15min;
- b) 标准物质:聚苯乙烯红外波长标准物质,在 $(3\ 200 \sim 600)\ \text{cm}^{-1}$ 内波数的不确定度小于 $0.2\ \text{cm}^{-1}$;
- c) 内部充有一氧化碳(大于 99.9% 分析纯)气体的气体池,光程 100mm;
- d) 500V 直流绝缘电阻表,精度等级指数不大于 1.5 级;
- e) 耐电压测试仪,耐压 $(0 \sim 5)\ \text{kV}$;
- f) 泄漏电流测量仪, $(0 \sim 20)\ \text{mA}$ 。

6.2 整机性能

按照 GB/T 21186—2007 的要求进行。

6.3 标准样品工作曲线检验

按照附录 A 规定的方法进行。

6.4 SBS 含量测试符合性要求

按照附录 A 规定的方法进行。

7 检验规则

7.1 检验分类

7.1.1 检验分为型式检验和出厂检验。

7.1.2 有下列情况之一,应进行型式检验:

- a) 新仪器和老仪器转厂生产试制定型鉴定;
- b) 正式生产后,如结构、材料、工艺有较大改变,可能影响仪器性能时;
- c) 正常生产时,定期或累计一定产量后,应进行一次检验;
- d) 仪器长期停产后,恢复生产时;
- e) 出厂检验结果与上次型式检验有较大差异时;

f) 国家质量监督机构提出进行型式检验的要求时。

7.2 检验项目

型式检验和出厂检验的项目见表1。

表1 检验分类及检验项目

序号	检验项目	技术要求	检验方法	型式检验	出厂检验
1	整机性能	5.1	6.2	+	+
2	标准样品工作曲线	5.2.1	6.3	+	-
3	SBS含量测试符合性要求	5.2.2	6.4	+	-

注：“+”表示必检项目，“-”表示免检项目。

7.3 抽样和判定

7.3.1 抽样

型式检验抽检时,当批量不大于50台时,抽取5台;批量大于50台时,抽取该批的10%。出厂检验100%。

7.3.2 判定

型式检验时,各项性能均符合表3的要求时,可判定为该批产品合格。若有一项性能指标不符合本标准要求时,则应从同一批中加倍取样,对不合格项目进行复验。复验后,仍然不符合要求时,则该批产品判为不合格。

出厂检验时,对每台产品进行检测,各项性能均符合表3的要求时,可判为合格。若有一项性能指标不符合本标准要求,则该台产品判为不合格。

8 标志、包装、运输和储存

8.1 标志

8.1.1 仪器标志

每台仪器上应有标志,标志上应标明制造厂名、型号与名称、制造日期及产品编号。

8.1.2 包装标志

包装标志应包括以下内容:

- a) 制造厂名;
- b) 产品名称和型号;
- c) 数量和毛质量;
- d) 生产日期和批号;
- e) 外形尺寸;
- f) 搬运注意事项。

8.2 包装

8.2.1 仪器包装应符合 GB/T 13384 中防潮、防震的包装规定。

8.2.2 仪器随机文件：

仪器随机文件需求如下：

- a) 装箱单；
- b) 使用说明书；
- c) 质量合格证。

8.3 性沥改青含

仪器的运输和储存应符合 JB/T 9329 的要求。

附 录 A
(规范性附录)
标准工作曲线制作方法

A.1 标准工作曲线法

使用已知 SBS 含量的改性沥青标准样品,做出某一波数吸光度与改性沥青 SBS 含量的工作曲线,利用工作曲线计算被测样品的 SBS 含量。

A.2 试验仪器

试验仪器及技术要求如下—

- a) 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]
- b) 烘箱—控温范围为室温 ~ 200℃,装有温度控制调节器[
- c) 沥青盛样器皿—可加热的广口金属容器(如罐、桶、锅等)[
- d) 高速剪切机—剪切速率(4 000 ~ 5 000) r/min [
- e) 水银温度计—测温范围(0 ~ 200)℃,分度值 1℃[
- f) SBS 含量测定仪[
- g) 溴化钾—晶体片[
- h) 其他—玻璃棒,石棉网。

A.3 标准样品制备与取样

A.3.1 用电子天平(精度 0.1g)称量 500g 道路石油沥青试样放于样品容器中,在烘箱(小于或等于 200℃)中加热至 170℃。

A.3.2 按照预定比例称取标准质量的 SBS 加入到沥青中并用玻璃棒搅拌均匀。制备 SBS 含量分别为 2%、3%、4%、5% 和 6% 的试样,作为制作标准工作曲线的标准样品,每一种试样质量配备不低于 500g。

A.3.3 使用剪切机按照(4 000 ~ 5 000) r/min 速率对标准样品分别进行剪切 30min,剪切过程中温度维持在(170 ± 10)℃。

A.3.4 关闭剪切机,将剪切好的标准样品放入(170 ± 5)℃烘箱中发育 30min,完成标准样品制作后进行红外光谱测试试验。

A.3.5 依据 JTG E20 规定的方法对待测样品进行取样,取样数量不少于 1kg,对待测样品进行红外光谱测试,记录 SBS 特征吸收峰的吸光度。

A.4 操作步骤

A.4.1 借助附属制样装置将光谱纯粉体溴化钾压制成透明片剂(保持嵌于模具框)。

A.4.2 取 0.5g 标准样品置于溴化钾晶片上。然后将溴化钾晶片放在酒精灯加热的石棉网上。待标准样品加热至(90 ~ 100)℃,用刮涂工具将(0.2 ± 0.01)g 标准样品(对涂抹样品前后的晶片称量控制样品质量)均匀刮涂在溴化钾晶片上,冷却至室温。

A.4.3 仪器操作程序启动,并设定操作条件如下—

- a) 波数范围—(400 ~ 4 000) cm⁻¹[
- b) 分辨率—8cm⁻¹[
- c) 扫描次数—(64 ~ 128)次。

A.4.4 将样品放入 SBS 含量测试仪样品室进行测试得到样品红外光谱图。

A.4.5 对样品红外光谱图特征吸收峰进行吸光度计算。

A.4.6 同一样品平行抽样 5 次分检,5 次平行检测结果的最大值和最小值之差不大于 0.2%,计算 5 次试验结果的算术平均值,作为改性沥青 SBS 含量的检测结果。

A.5 标准工作曲线制作

根据所测定的标准样品的 SBS 含量 x_i 及 SBS 特征吸收峰的吸光度 y_i 绘制标准曲线,建立两者线性回归关系:

$$y_i = a + bx_i \quad (\text{A.1})$$

式中: y_i ——标准样品的 SBS 含量,单位为百分比(%);

x_i ——SBS 特征吸收峰的吸光度;

a, b ——回归方程中的常数系数,由标准曲线可以确定相关系数。

A.6 数据处理

将待测样品 SBS 特征吸收峰的吸光度代入式(A.1)求算 SBS 含量。