

交通行业标准
《SBS 改性沥青改性剂含量测试方法》
(征求意见稿)

编制说明

《SBS 改性沥青改性剂含量测试方法》编写组

2017年8月

目 录

一、工作简况.....	1
二、标准编制原则和标准主要内容	3
三、主要试验（或验证）的分析、技术经济论证或预期的经济效果.....	9
四、与国际、国外同类标准水平的对比情况	9
五、与有关的现行法律、法规和强制性标准的关系	10
六、重大分歧意见的处理经过和依据	10
七、其他应予以说明的事项.....	10

一、工作简况

1.1 任务来源

由于 SBS 改性沥青具有优良的路用性能,在我国高等级沥青路面中得到了广泛的应用。沥青需求量大且价格昂贵,在市场中难免发生投机取巧的行为,而且目前国内还没有检测改性沥青中 SBS 剂量的方法,使得对承包商的质量管理与监控无法有效实施,基于此,交通部已把“SBS 改性沥青改性剂含量测试方法”列入“2016 年交通运输标准化制修订计划”,计划编号:JT 2016-136。由交通运输部公路科学研究所主持承担本标准的编制工作。

1.2 协作单位

《SBS 改性沥青改性剂含量测试方法》标准的编写过程得到了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、东南大学的协作。江西省高速公路投资集团有限责任公司与重庆建工集团股份有限公司在规范编写过程中组织参与各省调研工作,为标准修订提供大量的调研数据和建议,参与方案确定、试验验证等工作,东南大学主要参与方案的确定、试验验证等,并为红外光谱技术的理论与测定原理方面提供一定的研究资料。

1.3 编写目的

SBS 改性沥青由于具有优良的高低温路用性能,在我国高等级路面工程中应用越来越普遍。随着市场竞争的激烈和 SBS 改性剂价格的上涨,部分改性沥青供应商开始采用不正当的竞争手段以获得更高的利润。实际工程应用中,无论是工厂生产的改性沥青还是现场改性,利用各种方法“偷”改性剂的问题正逐步出现。由此引发的改性沥青性能“打折”现象在国内多条高速公路路面施工中已经暴露,并引起公路建设管理部门的高度重视。

对于 SBS 沥青改性剂含量检测,目前我国交通行业还没有出台相关的标准规范。近年来,市场上出现的 SBS 沥青改性剂掺量测定技术方法不一,精度、准确性也参差不齐,以及复现性及适用性如何也有待研究。作为使用者和管理者没有一个参考标准来遵循或评判。本项行业标准的颁布,能够有效对 SBS 改性沥青市场进行有效监管,使其市场规范化,对创建良好的社会、经济效益起到一个积极

作用。

1.4 编写过程

交通运输部公路科学研究所接到标准编制计划任务后，立即着手进行规范编制工作，主要工作过程如下：

(1) 2016.06~2016.07 交通运输部公路科学研究所牵头成立了规范起草组。课题组广泛收集并研究了最新标准资料和技术论文；制定了标准编制大纲和实施方案。

(2) 2016.08~2016.12 分析评价了现有国内检测改性沥青中改性剂掺量试验方法的准确性及适用性；并对试验方法的可靠性、再现性与重复性进行了评价。

(3) 2017.01~2017.07 研究影响测试结果的修正方法，提高了检测精度；进行改性剂含量试验方法在工程应用中的效果评价。

(4) 2017.08~2017.09 完成交通标准编制草稿，向全国使用单位、管理单位和有研究成果的单位，征求意见。

1.5 标准主要起草人及工作

本标准主要起草人及所做的工作见下表：

表 1 标准主要起草人及工作

序号	参加单位	起草人	主要工作
1	交通运输部公路科学研究所	钟科	负责项目的组织，编制调研和试验验证方案并实施，确定标准方案。送审稿的修改，形成报批稿。
2	江西省高速公路投资集团有限责任公司宁安项目办	谢晓如	组织参与各省调研工作，为标准修订提供大量的调研数据和建议。
3	重庆建工集团投融资事业部	刘国强	参与方案确定，关键技术指标的试验验证。
4	江西省高速公路投资集团有限责任公司宁安项目办	黄文红	参加方案确定、参与调研及试验验证等。
5	江西省高速公路投资集团有限责任公司宁安项目办	邹辉杰	参与方案确定及标准编写、参与试验验证等。
6	江西省高速公路投资集团有限责任公司宁安项目办	文旭卿	参加方案确定、参与调研及试验验证等。
7	江西省高速公路投资集团有	戴程琳	负责协调调研事宜、参与方案确定、试验验

	限责任公司宁安项目办		证等。
8	东南大学	罗桑	参加方案确定、参与调研及试验验证等。
9	交通运输部公路科学研究院	常荣华	国内外相关标准和技术资料的收集，负责标准起草和编制说明的编写工作。
10	交通运输部公路科学研究院	胡承勇	参加方案确定、参与调研及试验验证等。
11	交通运输部公路科学研究院	段为明	参加方案确定、参与调研及试验验证等。

二、标准编制原则和标准主要内容

2.1 标准编制原则

SBS 改性沥青改性剂含量测试方法规范的编制是在充分调研国内外相关测定方法的基础上，分析基质沥青与 SBS 的混合机理，研究各自红外光谱扫描图像特点，结合室内比对试验确定改性剂含量测定的术语与定义、原理、标准样品制备、测定步骤，从而获得技术上可行的 SBS 含量测定方法。

2.2 标准主要内容的论证

2.2.1 标准的适用范围

本标准规定了 SBS 改性沥青改性剂含量测试方法的仪器装置、方法与步骤、结果计算和重复性等要求。

本标准适用于 SBS 改性沥青改性剂含量测定。

2.2.2 标准的结构框架

标准的结构及主要内容分为术语与定义、器具及材料要求、取样与标准样品的制备、测定步骤、结果计算及重复性要求和检测结果说明。

术语与定义主要给出了 SBS 改性沥青改性剂含量测定相关的概念及定义，有助于更全面准确的理解改性沥青及改性剂含量各技术指标的意义，在理解的基础上更好地控制各技术指标，同时在本学术范围内有一个统一的叫法，便于学术交流。

器具及材料要求主要明确了对改性沥青 SBS 含量测定的各种试验仪器的数量规格参数与材料要求，其目的在于试验前试验人员能够对试验进行充分准备工作，试验中能够清楚各种仪器使用规则及要求。

取样与标准样品的制备详细说明了标准样品的制备方法,准确的标准样品制备是含量测定结果准确的必要条件。

测定步骤部分说明了试验准备、标准样品及待测样品的测定流程、标准曲线的回归,是含量测定试验最为核心的内容,其操作的精准性直接决定含量测定结果的准确性。

结果计算主要说明待测样品含量测定结果计算方法。

重复性要求指出了为保证结果的准确性,试验中对样品进行平行扫描的要求。

2.2.3 标准主要内容的说明

本标准为《SBS 改性沥青改性剂含量测试方法》,属于新制定,包括范围、术语和定义、原理、仪器与材料要求、取样与标准样品制备、测定步骤等内容。

本标准借鉴相关技术标准有:

- GB/T 21186 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
- JB/T 9329 仪器仪表运输、运输储存基本环境条件及试验方法
- 美国 AASHTO Designation:T 302-05(2013) Standard Method of Test of Polymer Content of Polymer-Modified Emulsified Asphalt Residue and Asphalt Binders

(1) 术语

吸光度,光学上的一个定义,是指光线通过溶液或某一物质前的入射光强度与该光线通过溶液或物质后的透射光强度比值的以 10 为底的对数。本标准主要是利用 SBS 改性沥青中某些特征官能团吸光度峰值处的峰面积作为定量分析 SBS 改性剂含量的依据。

SBS 含量的标准工作曲线,是指在测定工作前,对每一批改性沥青进行取样事先标定好的线性曲线,以作为后续检测时的依据。标准工作曲线以标定样品得

的 SBS 含量为横坐标，以特征峰面积比 $S_A / (S_A + S_B)$ 为纵坐标绘制，本标准要求标准工作曲线的线性相关系数不低于 0.995，经过大量试验论证，这个标准是可以达到的，如果标定达不到这个要求，应寻找原因，重新取样，重新进行标定，因为标准工作曲线直接影响后续测定结果的准确性。

衰减全反射测试方法，简称 ATR，是光谱技术是红外光谱测试技术中的一种，随着傅立叶变换红外光谱仪的发展和广泛应用，这种技术已经成为经常使用的红外样品测试的重要手段。用红外分光光度计测定化合物的红外光谱，一般是将红外光辐射垂直地照射在样品的薄片、薄膜或液层上，样品吸收一定波长的光，其透射光经分光光度计测绘而得到的光谱称透射红外光谱。有些化合物，例如高聚物、表面涂料等，由于制备样品困难，不易得到透射红外光谱，而是采取衰减全反射技术测得红外光谱，这种光谱称衰减全反射红外光谱。在测绘技术方面，它与透射光谱有下列不同点：样品制备不同；分光光度计测绘的不是透射光而是反射光；红外光辐射不是垂直地照射在样品上而是以一定的角度照射在样品上。由于它是一种完全的非破坏性分析，在测试的过程中不需要对样品进行任何处理，对样品不会造成任何损坏，因此特别适用于质检、公安等部门。对于用传统红外测试方法难以处理的，诸如不溶、不溶并粉碎困难的弹性物质，各种部件表面的涂层、纸张、纤维等的测试中应用也十分广泛。同样本标准中也是将其作为一种测试方法，用于分析沥青试样的红外光谱图，通过红外光谱图的特征峰定量测定 SBS 改性剂的含量。

本标准中其它术语均属常规概念，这不再赘述。

(2) 原理

本标准选用红外光谱法用于 SBS 改性剂含量的测定，相对于其它光谱法具有诸多优势。

a、仪器重现性好：同一样本在所有仪器上得到的红外谱图都是一致的，不受测试时间、地点以及操作人员等因素的影响，这对测定结果的准确性与可靠性都提供了一定的保障。

b、样品前处理简单：SBS 改性沥青样品融化后直接涂抹于溴化钾晶片表明，

即可用于检测，无需任何前期处理。

c、检测效率高和成本低：标定好标准工作曲线后，测定过程从制样到分析出结果只需几分钟时间，可以极大程度上满足测定效率的需求；红外光谱仪价格适宜，使用和维护成本较低，对推广使用具有其他光谱设备无法替代的优势。

紫外光谱由于吸收带较宽，一般不用于检测物质的精细结构，只用于比较不同类物质的跃迁能；X 射线光谱法一般用于元素的定性或半定量分析，聚合物由于其特殊的元素组成，不适合用 X 射线光谱法分析。

根据朗伯比尔（Lamber-Beer）定律的物理意义，当一束平行单色光垂直通过某一均匀非散射的吸光物质时，其吸光度与吸光物质的浓度成正比，正是由于这一特点，标准中将其利用到改性沥青中 SBS 改性剂含量的测定中。我们通常所说的 SBS 改性沥青的改性形式属于物理改性，基质沥青与 SBS 仅为单纯的物理共混，并不发生化学反应，在红外光谱图中的表现就是 SBS 与基质沥青依然保持各自的特征峰位置，吸光度为二者的叠加，证明了用红外光谱法用于 SBS 改性沥青中 SBS 含量测定的技术是可行的。故通过分析改性沥青试样的红外光谱图，找出代表 SBS 改性剂的特征峰，根据其强度值，便可以对其含量进行定量分析。

关于红外光谱图特征峰的选取，我们对比分析了国内外大量的研究资料，主要集中在波数为 966cm^{-1} 、 700cm^{-1} 、 812cm^{-1} 、 1377cm^{-1} 等几处，用于表征 SBS 含量的参数，有直接采用某波数处的吸光度值，也有采用某特征峰的峰面积，或者采用其某些吸光度值或峰面积的比值。标准编制过程中，我们做了大量的室内对比试验，发现特征峰峰面积相对于直接采用吸光度值与 SBS 改性剂含量间有更好的相关性，本标准采用波数 966cm^{-1} 处由 SBS 中反式丁二烯的特征峰及波数 812cm^{-1} 处基质沥青芳香族的特征峰峰面积作为定量分析 SBS 改性沥青中改性剂含量的依据。室内试验及工程应用都表明采用这种方法测定精度高，测定结果的再现性、重复性较好，能满足实际需要。

（3） 器具与材料要求

SBS 含量测定仪，即傅里叶变换红外光谱仪，是 SBS 改性剂含量测定的核心设备，用于分析 SBS 改性沥青样品的红外光谱图。由于红外光谱仪中的光镜是用

KBr 制成的，容易受潮变形，变形后会导致光程差发生改变，从而影响光谱仪的精度，同时，样品制作也需要用的 KBr，受潮后会影响到其透光性，也会影响测定的精度，所以需要实验室保持一个干燥的工作环境，本标准要求红外光谱仪的环境湿度不大于 60%；此外温度剧烈变化会对仪器本身造成伤害，为保护仪器，延长其使用寿命，需要光谱仪工作的环境温度较为恒定，这里要求为 $25 \pm 5^\circ\text{C}$ 。SBS 改性剂属于聚合物，由于对于聚合物的红外光谱分析，一般将红外光谱的波段分为两个区，即波数为 $4000\text{cm}^{-1} \sim 1300\text{cm}^{-1}$ 的官能团区和波数为 $1300\text{cm}^{-1} \sim 600\text{cm}^{-1}$ 的指纹区，基本上就是中红外光谱的波数范围 ($4000\text{cm}^{-1} \sim 400\text{cm}^{-1}$)，本标准选用的是中红外光谱仪，故其波数范围为： $4000\text{cm}^{-1} \sim 400\text{cm}^{-1}$ ，处于对特征峰位置能够精确定位考虑，光谱仪的分辨率需满足一定要求，本标准要求不低于 0.5cm^{-1} 。

溴化钾和压片机，主要用于制作溴化钾晶片，将 SBS 改性沥青样品涂抹在晶体表面制成试样用于红外光谱分析；由于溴化钾晶体的透光度高，而且溴化钾在中红外区，即波数 $4000\text{cm}^{-1} \sim 400\text{cm}^{-1}$ 区段没有吸收，用它来制作晶片即能达到高透光度的要求，也不会对样品的信号产生干扰。

高速剪切机，由于测定前需要标定不同 SBS 改性剂含量的沥青试样，所以需要在室内利用高速剪切机制作 SBS 改性沥青，利用其高速剪切能力将 SBS 改性剂剪碎并均匀的溶于基质沥青中，为了保证其剪切的效果，本标准中要求剪切机的最大转速不小于 10000r/min。

其它仪器设备均属于试验室内常规设备，不再赘述。

(4) 取样与标准样品制备

为保证取样具有代表性，按照规范 JTG E20-2011 规定的方法进行取样，基质沥青取样数量应不少于 2Kg。

用高速剪切机试验室内制备 SBS 改性沥青需要保证 SBS 改性剂能够剪切碎满足一定要求后能够均匀分布在基质沥青中，从而发育成满足实际要求的 SBS 改性沥青。制备过程中，主要对高速剪切机的转速及搅拌时间提出一定的要求，制备前，应先将基质沥青搅拌一段时间，搅拌均匀后按照需要投入 SBS 改性剂，为使 SBS 均匀混入基质沥青中，本标准规定高速剪切机转速 6000r/min，搅拌时间一

小时。基质沥青在加热时规定温度为 170 摄氏度，加入 SBS 改性剂后，由于 SBS 的加入，可适当提高搅拌发育的温度，这里要求为 175℃。由于标样的标定准确与否直接影响后续的测定结果，故本标准要求称量 SBS 改性剂需采用高精度电子秤，精度要达到千分之一 g；同时，为保标定数据的可靠性，同一 SBS 含量的每组平行试样数量要求不少于 5 个。

(5) 测定步骤

本标准测定步骤主要包括试验准备、标样测定、标准曲线绘制、改性沥青试样测定四个部分。其中试验准备工作，主要就是烘好已制备好的 SBS 改性沥青标样待用，制备好溴化钾晶片待用，由于溴化钾晶片主要作为透光用，所以制备的溴化钾晶片要求光泽透明且厚度均匀。

标样测定过程中，要求将加热成均匀流动状态的 SBS 改性沥青均匀涂抹在溴化钾晶片上，具体可以参照《红外光谱分析方法通则》(GB/T6040-2002) 中的固体薄膜法。制成薄片后，用红外光谱仪进行扫描，在电脑生成的红外光谱图中分别计算出波数为 966cm^{-1} 、 812cm^{-1} 两处特征峰的峰面积值 S_A 、 S_B ，本标准要求其读数精确到 0.001，然后计算其比值 $S_A/(S_A+S_B)$ ，由大量的室内对比试验分析表明，采用上述比值比直接用特征峰的吸光度或者特征峰峰面积直接相比 S_A/S_B 与 SBS 含量有更好的线性相关性。为保准试验标定的精度，每个 SBS 掺量的标样平行标定次数不小于五次，并计算其面积比值的平均值，要求其每个标样的面积比值与其均值的偏差保持在 5%之内，超过此范围应重新进行测定。

标准曲线绘制过程即以测定过程中得到的面积比的均值为因变量，以标样的 SBS 掺量为自变量，采用最小二乘法得到线性回归曲线，标准要求其线性相关性不小于 0.995。

试样的测定过程基本标样测定过程相同，取待检测的 SBS 改性沥青样品制成样品，同样不少于 5 个，得到其红外光谱图中特征峰面积比值的平均值。

(6) 结果计算

以试样测定过程得到的平均值带入到标准曲线绘制过程中得到的线性回归曲线即可得到待测样品的 SBS 含量测定值。

三、主要试验（或验证）的分析、技术经济论证或预期的经济效果

虽然改性沥青供应商投标时都承诺了 SBS 的添加量,但目前却没有检测改性沥青中 SBS 剂量的方法,使得对承包商的质量管理与监控无法有效实施,而其他路用材料诸如水泥剂量、石灰剂量、沥青含量等已都有了相应的检测方法,可以对质量进行有效的监管。本标准编写过程中依托实际工程,对 SBS 改性剂含量做过大量的检测,实际应用证明本标准中的红外光谱法测定效率高,一批改性沥青从现场取样到试验室出具 SBS 含量测定报告基本上半天内就可以完成,完全能够满足实际工程项目施工的需要,充分体现了检测的时效性,对 SBS 改性沥青的质量进行了有效的监管;同时测定结果精度高,再现性和重复性均很好,误差完全能满足实际工程的需求。

通过本标准的规范,可以有效的规范市场秩序,保证 SBS 改性沥青中 SBS 改性剂的掺量,防止供应商的不正当牟利,促进行业健康发展。对创建良好的社会、经济效益都起到一个积极作用。

四、与国际、国外同类标准水平的对比情况

对于红外光谱法测定 SBS 改性剂含量暂没有国际 ISO 相关标准,但美国 AASHTO 标准中有关于用红外光谱法测定 SBS 改性沥青中 SBS 改性剂含量的标准,《Polymer Content of Polymer-Modified Emulsified Asphalt Residue and Asphalt Binders》(T 302-05 (2013)),该标准中,对于样品的制作采用的是溶液法,即用溶液将改性沥青样品充分溶解后制成薄片再进行测定,AASHTO 选用的是波数为 965cm^{-1} 处 C=C 基团上碳氢键弯曲振动特征吸收峰和 1375cm^{-1} 处 CH₃ 基团上碳氢键弯曲振动特征吸收峰,以这两处特征吸收峰峰面积之比作为定量分析 SBS 改性剂含量的依据。与本标准使用的方法相比,AASHTO 采用溶液溶解后制样,操作时间较长,难以满足大批量样品,需要快速检测的需求,此外,通过大量试验验证,AASHTO 标准中选用的表征 SBS 含量的参数与 SBS 含量间的线性相关性并没有本标准中采用的方法好,本标准选用的 $S_A/(S_A+S_B)$ 与 SBS 含量间的线性关系更好,且稳定,更有利于检测结果的准确性和重复性。

目前国内已颁布的相关标准主要有浙江省地方标准《改性沥青中 SBS 含量的测定 红外光谱法》(DB33/T 989-2015),其主要方法基本和美国 AASHTO 标准类

似，自颁布以来，近几年检测应用中主要应用于浙江省高速公路养护工程，在浙江省取得了良好的应用效果，确保了沥青路面的质量。但浙江标准依然存在 AASHTO 标准存在的弊端，测定效率降低，为了尝试提高浙江标准中测定方法的效率，在本标准编制过程中课题组尝试省去浙江标准中四氯化碳溶解这一步骤，直接用 SBS 改性沥青制成样品薄膜后进行测定，发现其选用参数与 SBS 改性剂含量间的相关系数大大降低，以不能满足检测精度的要求。对比试验表明浙江标准中采用的测定方法，不适用于实际工程中快速测定 SBS 改性剂含量。

五、与有关的现行法律、法规和强制性标准的关系

符合现行法律、法规规定，不属于强制性标准。

六、重大分歧意见的处理经过和依据

目前本标准处于征求意见稿阶段，尚无遗留的重大意见分歧。

七、其他应予以说明的事项

无