

差数不大于0.3mg)为止。

3.2 试验步骤

3.2.1 按本规程 T 0602 准备沥青试样,注入蒸发皿内 3g 样品,准确至 0.1mg。

3.2.2 将盛有试样的蒸发皿置于高温炉中,逐渐提高温度,但注意升温不可过快,以防试样溅溢损失。使蒸发皿中试样的挥发物全部挥发,仅剩下炭状残留物后,再将高温炉升至 $900^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$,煅烧 2h。如煅烧后仍有黑色颗粒再继续煅烧,至残留物无黑色为止。

从低温开始逐渐升高温度,在 $900^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$ 下煅烧 2h,直至残留物无黑色为止。

3.2.3 取出蒸发皿,置空气中冷却 5min,然后置于干燥器中冷却至室温后称其质量,准确至 0.1mg。

3.2.4 重复进行煅烧,每次 15~30min,直至冷却后连续称量两次的差数不大于 0.3mg 为止。连续称量两次的差数不大于 0.3mg,即认为达到恒重。

4 计算

沥青试样的灰分含量按式(T 0614-1)计算。

$$P_a = \frac{m_2 - m}{m_1 - m} \times 100 \quad (\text{T 0614-1})$$

式中: P_a ——灰分含量(%);

m ——蒸发皿质量(g);

m_1 ——蒸发皿与试样合计质量(g);

m_2 ——蒸发皿与灰分合计质量(g)。

5 报告

同一试样至少平行试验两次,两次平行试验结果的差值不大于 0.03% 时,取平均值作为试验结果。

6 允许误差

重复性试验的允许误差为 0.03%,再现性试验的允许误差为 0.05%。

T 0615—2011 沥青蜡含量试验(蒸馏法)

沥青中蜡分是一个对沥青路用性能极为不利的成分。目前用于公路的道路石油沥青对蜡含量有严格的限制。蜡对沥青路用性能的不利影响表现在:

(1)蜡在高温时融化,使沥青黏度降低,影响高温稳定性,增大温度敏感性;

(2)蜡使沥青与集料的亲和力变小,影响沥青的黏结力及抗水剥离性;

(3)蜡在低温时结晶析出,分散在其他各组分之间,减小了分子间的紧密联系,当蜡结晶的大小超过胶束的界限时,便以不均相的悬浮物状态存在于沥青中,蜡相当于沥青中的杂质,使沥青的极限拉伸应变和延度变小,容易造成低温发脆、开裂;

(4)减小了低温时的应力松弛性能,使沥青的收缩应力迅速增加而容易开裂;

(5)低温时的流变指数增加,复合流动度减小,时间感应性增加。对测定条件下有相同黏度的沥青,在变形速率小时,含蜡的沥青黏度更大,劲度也大,这也是造成沥青面层温缩开裂的原因之一。

蜡对沥青的温度敏感性、黏结力、抗水剥离性等均有较大影响,所以沥青中的蜡含量一直是国内沥青使用单位、生产单位、科研工作者关注的指标。

1 目的与适用范围

本方法适用于采用裂解蒸馏法测定道路石油沥青中的蜡含量。

石油沥青中的蜡含量测定比较复杂,它是通过蒸馏法馏出油分后,在规定的溶剂及低温下结晶析出的蜡含量,以质量百分比表示。我国规范规定用裂解蒸馏法测定道路石油沥青中的蜡含量。

由于蜡分的密度较轻,长期热态静止存放会出现分离。例如,某1000t储存罐存放沥青半年未使用,后从顶部及底部分别取样,蜡含量差值可达1%,所以这里要强调取样时必须搅拌均匀,严格按照本规程 T 0601 的取样方法进行试验。

2 仪器与材料技术要求

2.1 蒸馏烧瓶:形状和尺寸如图 T 0615-1 所示,采用耐热玻璃制成。

2.2 自动制冷装置:冷浴槽可容纳3套蜡冷却过滤装置,冷却温度能达到 -30°C ,并且能控制在 $-30^{\circ}\text{C} \pm 0.1^{\circ}\text{C}$ 。冷却液介质可采用工业酒精或乙二醇的水溶液等。

2.3 蜡冷却过滤装置:由砂芯过滤漏斗、吸滤瓶、试样冷却筒、柱杆塞等组成,形状和尺寸如图 T 0615-2 所示,砂芯过滤漏斗(P16)的孔径系数为 $10 \sim 16\mu\text{m}$ 。

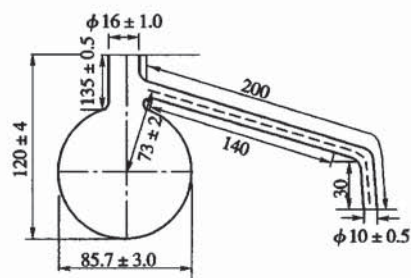


图 T 0615-1 蒸馏烧瓶(尺寸单位:mm)

我国在1993年和2000年的《公路工程沥青及沥青混合料试验规程》中蜡含量测定方法也采用蒸馏法,基本上是参照中石化 SH/T 0425 行业标准制定的。而 SH/T 0425 又主要是参照日本石油协会 JPI 方法及德国 DIN-52015 中的蒸馏法经修订制成的。但是本次修订发现 JTJ 052—2000 方法与 SH/T 0425 方法中对砂芯漏斗规定不同, JTJ 052—2000 中规定砂芯漏斗是采用国际标准 P16 规格($7 \sim 16\mu\text{m}$)中的 $10 \sim 16\mu\text{m}$,而 SH/T 0425 方法中要求采用 $20 \sim 30\mu\text{m}$,即属于 P30 规格(孔径 $16 \sim 30\mu\text{m}$)。现在无法找到 SH/T 0425 方法差异的原因,日本石油协会 JPI 方法也没有砂芯漏斗孔径为 $16 \sim 30\mu\text{m}$ 的标准,而 DIN-52015 和欧洲 EN 12606-1 又是采用滤纸。但是无论是滤纸还是砂芯漏斗,其过滤原理是一样的,即滤纸/砂芯漏斗的过滤孔径应小于沉淀粒度,即对于同一孔径的滤纸或砂芯漏斗,其只能对大于其孔径的颗粒进行截留、沉淀,因此过滤的效果也应该是一致的,如上所述,EN 12606-1 滤纸孔径约 $7 \sim 12\mu\text{m}$,对应的砂芯漏斗孔径也应该是 $7 \sim 12\mu\text{m}$,与国际标准 P16 规格的砂芯漏斗 $7 \sim 16\mu\text{m}$ 基本对应,但是这与 SH/T 0425 的砂芯漏斗孔径 $20 \sim 30\mu\text{m}$ 相差太大。砂芯漏斗的孔径对蜡含量测定结果有一定的影响,砂芯漏斗的孔径越小,蜡沉淀物相应会增加,其蜡含量结果偏高,反之则蜡含量结果偏低。考虑到试验方法的变化会影响试验结果,且 JTJ 052—2000 方法已经被广泛应用于道路石油沥青的检测,相应技术指标值的制定也都是基于 JTJ 052—2000 的方法,而且本试验方法的砂芯漏斗孔径与欧洲滤纸孔径基本一样,因此对砂芯漏斗的孔径仍然保留 JTJ 052—2000 的尺寸。

2.4 蜡过滤瓶:类似锥形瓶,有一个分支,能够进行真空抽吸的玻璃瓶(图 T 0615-3)。

2.5 立式可调高温炉:恒温 $550^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$ 。

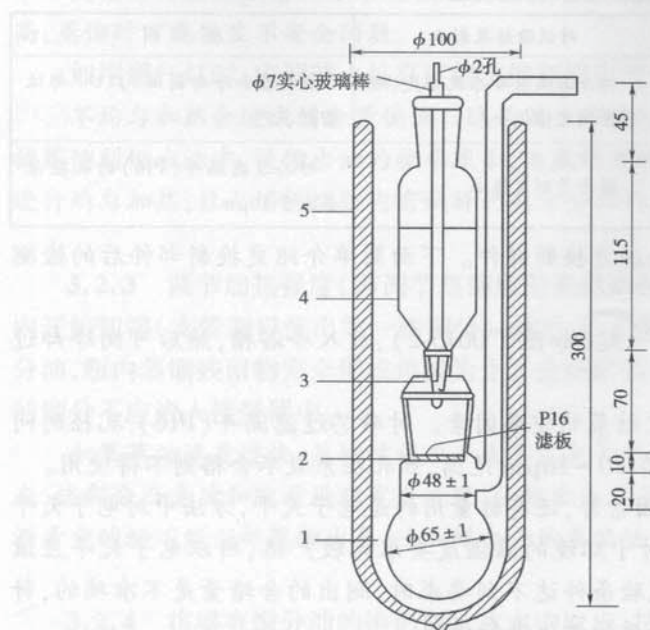


图 T 0615-2 冷却过滤装置(尺寸单位:mm)

1-吸滤瓶;2-砂芯过滤漏斗;3-柱杆塞;4-试样冷却筒;5-冷浴槽

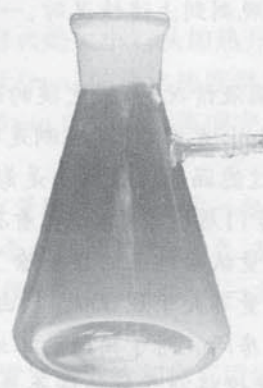


图 T 0615-3 蜡过滤瓶

2.6 分析天平:感量不大于0.1mg、0.1g各1台。

2.7 温度计:量程 $-30 \sim +60^{\circ}\text{C}$,分度值 0.5°C 。

2.8 锥形烧瓶:150mL或250mL数个。

2.9 玻璃漏斗:直径40mm。

2.10 真空泵。

2.11 无水乙醚、无水乙醇:分析纯。

2.12 石油醚($60 \sim 90^{\circ}\text{C}$):分析纯。

2.13 工业酒精。

2.14 干燥器。

2.15 烘箱:控制温度 $100^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 。

2.16 其他:电热套、量筒、烧杯、冷凝管、蒸馏水、燃气灯等。

对蜡含量试验所采用的器具及其规格应按照要求选用,由于蜡含量测定仪的材质为玻璃器皿,在将装有试样的冷却筒置入冷却装置时及冷却操作过程中,要注意防止冷却筒各接合处渗漏。通过大量的试验发现,容易出现渗漏的部位及原因如下:

蜡冷却过滤装置易出现问题的部位及原因

装置部位	问题	对试验结果影响	原因
柱杆塞下端或漏斗与吸滤瓶连接处	漏液	馏分溶液未冷冻就馏走,蜡含量测定值偏小	柱杆塞和冷却筒间“广口”部位密封不严
砂芯过滤漏斗(P16)	漏蜡,有白色絮状结晶蜡进入吸滤瓶	蜡含量测定值小	砂芯过滤漏斗(P16)的孔径系数大于 $16\mu\text{m}$

当肉眼能观测到上述情况时,一般可采用替换法更换新部件。下面简单介绍更换新部件后的检测方法:

(1) 当有漏液情况时,将更换的新部件组装在一起(如图 T 0615-2),放入冷浴槽,然后可向冷却过滤装置注入 30mL 无水乙醇,观测是否有滴漏。

(2) 砂芯过滤漏斗孔径大小是影响蜡含量测定结果的重要因素。对砂芯过滤漏斗(P16)孔径的问题,一般需送专门质检单位检测,看孔径系数是否在 $10 \sim 16\mu\text{m}$ 范围,如孔径系数不合格则不得使用。

影响蜡含量试验结果的误差除了仪具本身的因素外,还有称量用的是电子天平,方法中对电子天平的精度要求感量不大于 0.0001g 。由于电子天平对于环境的温湿度要求比较严格,所以电子天平应该放置于单独的房间。对于简陋的工地试验室,当试验条件达不到要求时,测出的含蜡量是不准确的,针对这种情况,建议将沥青样品送至具有权威检测资质的单位进行检测。

3 方法与步骤

3.1 准备工作

3.1.1 将蒸馏烧瓶洗净、烘干后称其质量,准确至 0.1g ,然后置干燥箱中备用。

3.1.2 将 150mL 或 250mL 锥形瓶洗净、烘干、编号后称其质量,准确至 0.1mg ,然后置干燥器中备用。

3.1.3 将冷却装置各部洗净、干燥,其中砂芯过滤漏斗用洗液浸泡后用蒸馏水冲洗干净,然后烘干备用。

3.1.4 按本规程 T 0602 方法准备沥青试样。

3.1.5 将高温炉预加热并控制炉内恒温 $550^\circ\text{C} \pm 10^\circ\text{C}$ 。

3.1.6 在烧杯内备好碎冰水。

3.2 试验步骤

3.2.1 向蒸馏烧瓶中装入沥青试样(m_b) $50\text{g} \pm 1\text{g}$,准确至 0.1g 。用软木塞盖严蒸馏瓶。用已知质量的锥形瓶作接受器,浸在装有碎冰的烧杯中。

在蒸馏过程中,软木塞的大小应与蒸馏瓶口尺寸合适,大或小都会使软木塞与瓶口盖不严,在蒸馏过程中馏分将从缝隙中冒出来,对试验结果有影响。

3.2.2 将盛有试样的蒸馏瓶置已恒温 $550^\circ\text{C} \pm 10^\circ\text{C}$ 的高温电炉中,蒸馏瓶支管与置于冰水中的锥形瓶连接。随后蒸馏瓶底将渐渐烧红。

蒸馏时对接馏分用的锥形瓶一定要按要求置于冰水中,否则蒸馏出来的馏分得不到冷却,温度太高,蒸馏时可能发生不安全问题。

如用燃气灯时,应调节火焰高度将蒸馏瓶周围包住。

不均匀加热会造成蜡含量偏低。这是因为不均匀加热时烧瓶中未被加热区域的沥青中的蜡没完全被蒸馏到馏出油中,使馏出油的收率减小,造成结果偏低。因此,在加热蒸馏过程中,要用燃气灯对烧瓶进行均匀加热,让火焰将烧瓶内有试样的地方全部均匀包围,将所有沥青中的蜡全部蒸馏出来。

3.2.3 调节加热强度(即调节蒸馏瓶至高温炉间距离或燃气灯火焰大小),从加热开始起5~8min内开始初馏(支管端口流出第一滴馏分);然后以每秒两滴(4~5 mL/min)的流出速度继续蒸馏至无馏分油,瓶内蒸馏残留物完全形成焦炭为止。全部蒸馏过程必须在25min内完成。蒸馏完后支管中残留的馏分不应流入接受器中。

如果蒸馏速度过快,蒸馏过程中产生雾沫夹带现象,沥青中的少量胶质和沥青质一起被气流夹带出来,这部分沥青质和胶质很难完全洗脱,使馏出油质量增加,造成蜡含量结果偏大;反之,蒸馏速度过慢,沥青中的蜡不能全部蒸馏出来,造成蜡含量结果偏低。因此蒸馏过程中的速度和时间一定要控制好。

3.2.4 将盛有馏分油的锥形瓶从冰水中取出,拭干瓶外水分,置室温下冷却称其质量,得到馏分油总质量(m_1),准确至0.05g。

3.2.5 将盛有馏分油的锥形瓶盖上盖,稍加热熔化,并摇晃锥形瓶使试样均匀。加热时温度不要太高,避免有蒸发损失;然后,将熔化的馏分油注入另一已知质量的锥形瓶(250mL)中,称取用于脱蜡的馏分油质量1~3g(m_2),准确至0.1mg。估计蜡含量高的试样馏分油数量宜少取,反之需多取,使其冷冻过滤后能得到0.05~0.1g蜡,但取样量不得超过10g。

取馏分值多少会影响含蜡量测定。若馏分取得少,如仅取1g,冷冻分馏后的油分通过蜡层时渗透较快较容易。而馏分取得多,如取3g,滞留在滤板蜡层上的馏分也较多较厚。务必考虑使其冷冻过滤后能得到0.05~0.1g的蜡。不考虑蜡含量高低而随意取馏分油质量,测量值离散性大,误差增大。

3.2.6 准备好符合控温精度的自动制冷装置,向冷浴中注入适量的冷液(工业酒精),其液面比试样冷却筒内液面(无水乙醚—乙醇)高100mm以上,设定制冷温度,使其冷浴温度保持在 $-20^{\circ}\text{C} \pm 0.5^{\circ}\text{C}$ 。把温度计浸没在冷浴150mm深处。

3.2.7 将吸滤瓶、玻璃过滤漏斗、试样冷却筒和柱杆塞组成冷冻过滤组件,按图T 0615-2所示组装好。

砂芯过滤漏斗使用多次之后就会变黑,使过滤阻力增大,将影响过滤速度和试验结果的准确性,因此漏斗要经常清洗。一般在 $400\sim 500^{\circ}\text{C}$ 下煅烧1h左右,取出用盐酸浸泡洗涤,由于洗液浸泡或烘干受热等原因,孔径大小可能发生不同程度的变化,应定期测定砂芯漏斗孔径。

3.2.8 将盛有馏分油的锥形瓶注入10mL无水乙醚,使其充分溶解;然后注入试样冷却筒中,再用15mL无水乙醚分两次清洗盛油的锥形瓶,并将清洗液倒入试样冷却筒中;再将25mL无水乙醇注入试样冷却筒内与无水乙醚充分混合均匀。

3.2.9 将冷冻过滤组件放入已经预冷的冷浴中,冷却1h,使蜡充分结晶。在带有磨口塞的试管中装入30mL无水乙醚—无水乙醇(体积比1:1)混合液(作洗液用),并放入冷浴中冷却至 $-20^{\circ}\text{C} \pm 0.5^{\circ}\text{C}$,恒冷15min以后再使用。

3.2.10 当试样冷却筒中溶液冷却结晶后,拔起柱杆塞,过滤结晶析出的蜡,并将柱杆塞用适当方法悬吊在试样冷却筒中,保持自然过滤 30min。

3.2.11 当砂芯过滤漏斗内看不到液体时,启动真空泵,使滤液的过滤速度为每秒 1 滴左右,抽滤至无液体滴落;再将已冷却的无水乙醚—无水乙醇(体积比 1:1)混合液一次加入 30mL,洗涤蜡层、柱杆塞及试样冷却筒内壁;继续过滤,当溶剂在蜡层上看不见时,继续抽滤 5min,将蜡中的溶剂抽干。

冷冻后过滤困难,原因有两个:一是样品冷冻过程中有滴漏。在溶液中蜡还没结晶之前,溶液漏几滴不会造成客观的误差,但是,其流经砂漏的过程中有可能结晶出来,堵塞微孔,造成过滤困难。二是自然过滤时间短,漏斗上还没形成蜡饼就开始抽滤,或者自然过滤时间足够,但开始抽滤时抽力过大,部分微晶蜡堵住了微孔。因此,使用前一定要检验柱杆塞和冷却筒间磨口的严密性;同时在抽滤时要用三通阀调节真空度,慢慢抽滤保证滤液为液滴状,速度约为 1 滴/s。

3.2.12 从冷浴中取出冷冻过滤组件,取下吸滤瓶,将其中溶液倾入一回收瓶中。吸滤瓶也用无水乙醚—无水乙醇混合液冲洗 3 次,每次用 10~15mL,洗液并入回收瓶中。

3.2.13 将冷冻过滤组件(不包括吸滤瓶)装在蜡过滤瓶上,用 30mL 已预热至 30~40℃ 的石油醚将砂芯过滤漏斗、试样冷却筒和柱杆塞的蜡溶解;拔起柱杆塞,待漏斗中无溶液后,再用热石油醚溶解漏斗中的蜡两次,每次用量 35mL;然后立即用真空泵吸滤,至无液体滴落。

3.2.14 将吸滤瓶中蜡溶液倾入已称质量的锥形瓶中,并用常温石油醚分 3 次清洗吸滤瓶,每次用量 5~10mL。洗液倒入锥形瓶的蜡溶液中。

3.2.15 将盛有蜡溶液的锥形瓶放在适宜的热源上蒸馏到石油醚蒸发净尽后,将锥形瓶置温度为 105℃ ±5℃ 的烘箱中除去石油醚;然后放入真空干燥箱(105℃ ±5℃、残压 21~35kPa)中 1h,再置干燥器中冷却 1h 后称其质量,得到析出蜡的质量 m_w ,准确至 0.1mg。

3.2.16 同一沥青试样蒸馏后,应从馏分油中取两个以上试样进行平行试验。当取两个试样试验的结果超出重复性试验允许误差要求时,需追加试验。当为仲裁性试验时,平行试验数应为 3 个。

4 计算

4.1 沥青试样的蜡含量按式(T 0615-1)计算。

$$P_p = \frac{m_1 \times m_w}{m_b \times m_2} \times 100 \quad (\text{T 0615-1})$$

式中: P_p ——蜡含量(%);

m_b ——沥青试样质量(g);

m_1 ——馏分油总质量(g);

m_2 ——用于测定蜡的馏分油质量(g);

m_w ——析出蜡的质量(g)。

4.2 所进行的平行试验结果的最大值与最小值之差符合重复性试验误差要求时,取其平均值作为蜡含量结果,准确至 1 位小数(%);当超过重复性试验误差时,以分离得到的蜡的质量(g)为横轴,蜡的质量百分率为纵轴,按直线关系回归求出蜡的质量为 0.075g 时蜡的质量百分率,作为蜡含量结果,准确至 1 位小数(%).

注:关系直线的方向系数应为正值,否则应重新试验。

5 允许误差

蜡含量测定时重复性或再现性试验的允许误差应符合下列要求:

蜡含量(%)	重复性(%)	再现性(%)
0~1.0	0.1	0.3
1.0~3.0	0.3	0.5
>3.0	0.5	1.0

T 0616—1993 沥青与粗集料的黏附性试验

本方法原名“沥青与矿料的黏附性试验”,1983 规程(沥 121—83)称为“沥青的黏结力试验”,更确切地说它是用来检验粗集料表面被沥青薄膜膜覆盖后,抵抗受水浸蚀造成剥落的能力,称为“沥青与粗集料的黏附性试验”比较确切。目前,国内外关于沥青与矿料黏附性试验方法较多,我国交通行业规范中的水煮法和水浸法(T 0610—1993)、光电比色法、SHRP 净吸附法等。水煮法和水浸法试验操作简便、时间短,沥青膜剥落状况直观,但因指标不定量,有时试验结果区分度不够明显。

为有效保证沥青混合料的水稳定性,对于潮湿区、湿润区的高速公路表面层用粗集料,其与沥青的黏附性技术要求为 5 级、4 级以上。

沥青对于矿料的黏附性是否优良,将直接影响沥青路面的使用质量和寿命,对于化学组分中含有较多烷链烃的沥青来说,认真考虑和改善其黏附性是很重要的。

1 目的与适用范围

本方法适用于检验沥青与粗集料表面的黏附性及评定粗集料的抗水剥离能力。对于最大粒径大于 13.2mm 的集料应用水煮法,对最大粒径小于或等于 13.2mm 的集料应用水浸法进行试验。当同一种料源集料最大粒径既有大于又有小于 13.2mm 的集料时,取大于 13.2mm 水煮法试验为标准,对细粒式沥青混合料应以水浸法试验为标准。

在国外,沥青与粗集料的黏附性试验方法很多,如前苏联原用水煮法,近年来改用与白云石黏结法。其他国家多用浸水法,但水的温度及浸水时间各有不同。

在 ASTM 中有两个方法检验水对沥青与集料黏附性的影响。D3625 是水煮法,D1664 是水浸法(常温)。ASTM D 3625 在 1995 年以前称为“Standard Test Method for Effect of Water on Bituminous coated Aggregate using Boiling Water”,1996 年改为“Standard Practice for Effect of Water on Bituminous coated Aggregate using Boiling Water”。将“试验方法”改为“实施步骤”是因为不再要求试验报告由目测得到的保留裹覆沥青的百分率,明显是由于目测估计的准确性较差的缘故。因此,在 AASHTO 试验方法中没有水蒸法,但保留了水浸法(T182,与 ASTM D 1664 同),用 100g 的 6.3~9.5mm 集料拌和 5.5g 沥青后,在 25℃ 水中浸泡 16~18h,用 75W 灯泡照射观察沥青膜剥落程度,要求保留面积不小于 95%。另外,AASHTO 特别重视沥青混合料的水损害试验方法,规定了用浸水或冻融前后的抗压强度(T 165)、劈裂强度(T 283)的比值来表征水稳定性。尤其是 AASHTO T 283 已成为标准的水损害评价方法(见本规程 T 0729 条文说明),根据我国长期实践,水煮法时间短,沥青膜剥落情况直观明显,但缺乏定量指标,评定等级的人为因素影响较大。考虑到国际上也通用水浸法,故本试验法除保持 1983 年试验规程的水煮法(适用于大于 13.2mm 的粗集料),还参考日本道路协会铺装试验法便览 3-4-16“粗集料抗水剥离性能试验方法”,增补了水浸法(适用于小于 13.2mm 的粗集料),因水温较高及浸水时间较少,便于使用及观察沥青薄膜剥落情况。对同一料源有大于 13.2mm 及小于 13.2mm 不同粒径的集料时,本方法规定以大于 13.2mm 的水煮法试验为标准。对细粒式沥青混合料则以水浸法为标准。