

石油沥青粘度测定法 (真空毛细管法)

1 主题内容与适用范围

本标准适用于以真空毛细管粘度计测定 60℃ 时石油沥青的动力粘度。也可用于测定粘度在 0.0036 ~ 20.000 Pa·s 范围的其他物质。

本标准也适用于在其他温度下使用，但精确度是以测定 60℃ 的沥青粘度为依据。

2 方法概要

在严格控制真空度和温度的情况下，测定一定体积的液体流过毛细管所需的时间。液体的粘度以 Pa·s 为单位，是流动时间的秒数乘以粘度计校正系数。

随着毛细管内液体的上升、剪切速率下降，采用不同的真空度或不同管径的毛细管也都会改变剪切速率，因此，本方法适用于测定牛顿流体和非牛顿流体的粘度。

3 仪器设备

3.1 粘度计：本标准选用的粘度计，详见附录 A。推荐等同使用的两种粘度计，详见附录 B、C。有关粘度计标准的细则见附录 D。

3.2 温度计：本方法可以采用分度值为 0.02℃，校正过的精密标准温度计或其他具有相同精度的测温设备。有关温度计规格见附录 E。

3.3 水浴：水浴应适合于浸没粘度计，至少使粘度计最上面的计时标志刻度浸没水浴液面以下 20mm，且便于观察粘度计和温度计。粘度计应有牢固的支撑。应保证热量输入与热损失之间的平衡，水浴应充分搅拌。水浴中介质的温度差别在整个粘度计高度范围内或不同位置的粘度计之间，其温度差别不大于 0.03℃。

3.4 真空系统：真空系统应能使真空度保持在 $39996\text{Pa} \pm 67\text{Pa}$ ($300\text{mmHg} \pm 0.5\text{mmHg}$) 范围以内。系统的基本组成部分如图 1 所示。真空系统的线路应采用内径 6.35mm 的玻璃管，所用的玻璃接头应该密封不漏。当系统密闭时，开口式水银压差计(刻度 1mm)指示的真空度不应降低。真空源可以是合适的真空泵或吸气泵。

3.5 计时器：采用刻度为 0.1s(或更小)，误差在 0.05% 以内，整个计时范围不少于 15min 的秒表或其他计时装置均可。

4 样品制备

4.1 小心地将样品加热，并不断地搅拌以保证样品受热均匀，防止局部过热。

4.2 将至少 20mL 样品移入合适的容器内，加热至 $135\text{℃} \pm 5\text{℃}$ ，为防止局部过热要不时地搅拌，并小心慢搅以防空气进入。

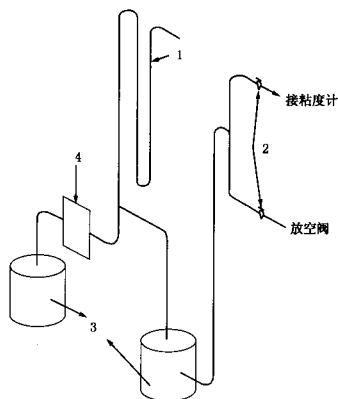


图 1 真空系统基本组成部分

1—开口水银压差计；2—调节阀或旋塞阀；3—1升缓冲罐；4—压力稳定器

5 试验步骤

- 5.1 使水浴温度保持在试验温度 $\pm 0.03^{\circ}\text{C}$ 范围内，对所有的温度计读数进行必要的校正。
- 5.2 选择流动时间大于 60s，干净的、干燥好的粘度计，并预热到 $135^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 。
- 5.3 向粘度计内装入已准备好的样品，使其达到装料线 $E_{\text{mm}} \pm 2\text{mm}$ 的高度(见图 2)。
- 5.4 把已装好样品的粘度计，放入 $135^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 的烘箱或油浴中，使其保持 $10\text{min} \pm 2\text{min}$ ，以赶出大的气泡。
- 5.5 从烘箱或油浴中移出粘度计，在 5min 内将粘度计夹在架子上垂直地放入水浴中，使最上面的计时标志刻度位于水浴液面以下至少 20mm。
- 5.6 建立 $13339\text{Pa} \pm 67\text{Pa}$ ($300\text{mmHg} \pm 0.5\text{mmHg}$) 的真空系统，用装在粘度计管路中的调节阀或旋塞阀将真空系统与粘度计连接起来。
- 5.7 粘度计放入水浴 $30\text{min} \pm 5\text{min}$ 后，打开通向真空系统管路中的调节阀或旋塞阀，使沥青流入毛细管。
- 5.8 测定弯月面前沿通过两个计时标志刻度所需的时间，精确到 0.1s，报告两个计时标志刻度间第一个超过 60s 的流动时间，并注明这对计时标志刻度的标号。
- 5.9 试验完成后，从水浴中取出粘度计并倒放在 $135^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 的烘箱中，直至沥青从粘度计中流出。用甲苯彻底清洗粘度计，然后再用石油醚冲洗。向毛细管内通入小流量的干净的干燥空气(时间约 2min 或直到溶剂完全挥发)以便使管子干燥。定期地用铬酸洗液清洗粘度计以彻底清除有机沉淀物。用蒸馏水和无残渣丙酮冲洗及用干净空气吹干。

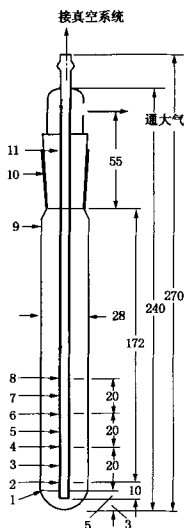


图2 本标准选用的粘度计

- 1—装料线 *E*; 2—第一计时标志 *F*; 3—*B* 段; 4—第二计时标志 *G*;
 5—*C* 段; 6—第三计时标志 *H*; 7—*D* 段; 8—第四计时标志 *I*;
 9—装料管 *A*; 10—24/40 磨口; 11—真空管 *M*

6 计算

选择与这对计时标志刻度(如 5.8)所对应的校正系数, 利用下式计算并报告粘度 ρ (Pa·s), 保留三位有效数字:

$$\rho = k \cdot t$$

式中: k ——所选用的校正系数, Pa·s/s;

t ——流动时间, s。

7 报告

在报告粘度试验结果时, 还要附加说明试验温度和真空度。例如: 粘度 [60°C, 39996Pa ± 67Pa, Pa·s] [60°C (300mmHg, 泊)]。

8 精密度

8.1 重复性: 同一操作者, 使用同一台仪器, 重复测定两个结果之差, 不超过其平均值的 7%。

8.2 再现性: 由两个实验室提供的结果, 误差不超过其平均值的 10%。

附录 A
本标准选用的粘度计规格
(补充件)

A1 范围

真空毛细管粘度计有 5 种规格, 60℃粘度测定范围为 4.2~20000Pa·s(42~200000 泊), 50~200 号最适合于测定沥青 60℃的粘度。

A2 仪器

A2.1 真空毛细管的设计及制造尺寸见图 2。该粘度计的系列规格号, 近似半径、近似毛细管校正系数和粘度测定范围见表 A1。

表 A1 真空毛细管粘度计规格, 毛细管半径, 近似校正系数和粘度测定范围

粘度计规格	毛细管半径 mm	近似校正系数 ¹⁾ , Pa·s/s			粘度范围 ²⁾ , Pa·s
		<i>B</i>	<i>C</i>	<i>D</i>	
25	0.125	2	1	0.7	42~800
50	0.25	8	4	3	180~31200
100	0.50	32	16	10	600~12800
200	1.0	128	64	40	2400~52000
400	2.0	500	250	160	9600~200000

注: 1)精确的毛细管校正系数必须用粘度标准样测得。

2)本表所示的粘度范围是对应于流动时间为 60~400s 的。可以使用较长的流动时间(1000s 以下)。

A2.2 本粘度计包括一个单独的装样管 *A*, 和一个精确孔径的玻璃毛细管。这两部分用一个标准锥度 24/40 的硅酸硼玻璃磨口接头联接在一起, 玻璃毛细管上分 *B*、*C*、*D* 三个测量段被计时标志 *F*、*G*、*H* 和 *I* 隔开, 每段长 20mm。

A2.3 可在一个 11 号橡皮塞上钻出一个直径约 28mm 的孔, 把孔与边缘之间切开, 做成一个简易的粘度计架, 当把这个塞子放入水浴盖上直径为 51mm 的孔中时, 这个架将把粘度计夹住。

附录 B
推荐等同使用的粘度计规格(1)
(补充件)

B1 范围

该真空毛细管粘度计有 11 种规格, 粘度测定范围为 0.0036~8000Pa·s(0.036~80000 泊), 第 10~14 号最适合测定沥青 60℃的粘度。

B2 仪器

B2.1 真空毛细管粘度计的设计及制造尺寸见图 B1, 该粘度计的系列规格号、近似毛细管校正系数 *K* 及粘度测定范围见表 B1。

B2.2 对所有规格的粘度计, 测量球 *C* 的体积约为测量球 *B* 体积的 3 倍。

B2.3 在一个 11 号橡皮塞上钻出两个直径分别为 22 和 8mm 的孔, 两孔中心间距离为 25mm。将两孔

之间及 8mm 孔和边缘之间切开，做成一个简易的粘度计架。当把这个塞子放入水浴盖上直径为 51mm 的孔中时，这个架将把粘度计固定住。

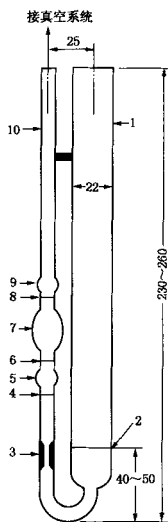


图 B1 推荐等同使用的粘度计(1)

1—装料管 A；2—装料线 E；3—毛细管 K；4—第一计时标志 F；5—B 段；
6—第二计时标志 G；7—C 段；8—第三计时标志 H；9—溢流管 D；10—真空管 M

表 B1 粘度计规格，近似毛细管系数及粘度测量范围

粘度计规格	近似毛细管系数 ¹⁾ , Pa·s/s		粘度测定范围 ²⁾ Pa·s
	B	C	
4	0.002	0.0006	0.0036 ~ 0.08
5	0.006	0.002	0.012 ~ 0.24
6	0.02	0.006	0.036 ~ 0.8
7	0.06	0.02	0.12 ~ 2.4
8	0.2	0.06	0.36 ~ 8.0
9	0.6	0.2	1.2 ~ 24
10	2.0	0.6	3.6 ~ 80
11	6.0	2.0	12 ~ 240
12	20.0	6.0	36 ~ 800
13	60.0	20.0	120 ~ 2400
14	200.0	60.0	360 ~ 8000

注：1) 精确的毛细管校正系数必须用粘度标准样测得。

2) 表中所列粘度范围对应于流动时间 60 ~ 400s，也可以使用较长的流动时间(1000s 以下)。

附录 C
推荐等同使用的粘度计规格(2)
(补充件)

C1 范围

该粘度计有 7 种规格，粘度测定范围为 4.2 ~ 580000 Pa·s，50 ~ 200 号最适合于测定沥青 60℃ 的粘度。

C2 仪器

C2.1 真空毛细管粘度计的设计及制造尺寸见图 C1，粘度计规格、近似半径、近似校正系数及粘度测定范围见表 C1。

C2.2 在该粘度计臂 M 上有 B、C、D 三个测量段，它们是具有精密孔径的毛细管，三个测量段用 F、G、H、I 隔开，每段长 20mm。

C2.3 在一个 11 号橡皮塞上钻出两个直径分别为 22 和 8mm 的孔，两个孔中间距离为 25mm，将两孔之间及 8mm 孔与边缘之间切开，做成一个简易的粘度计架。当把这个塞子放入水浴盖上直径为 51mm 的孔中时，这个架将把粘度计固定住。

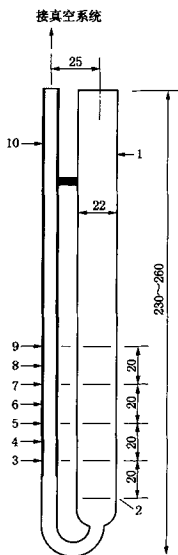


图 C1 推荐等同使用的粘度计(2)

1—装料管 A；2—装料线 E；3—第一计时标志 F；4—B 段；5—第二计时标志 G；
6—C 段；7—第三计时标志 H；8—D 段；9—第四计时标志 I；10—真空管 M

表 C1 粘度计规格、毛细管半径、近似校正系数、粘度测量范围

粘度计规格	毛细管半径 mm	近似毛细管系数 ¹⁾ , Pa·s/s			粘度测定范围 ²⁾ Pa·s
		B	C	D	
25	0.125	2	1	0.7	4.2 ~ 80
50	0.25	8	4	3	18 ~ 320
100	0.50	32	16	10	60 ~ 1280
200	1.0	128	64	40	240 ~ 5200
400	2.0	500	250	160	960 ~ 20000
400R ³⁾	2.0	500	250	160	960 ~ 140000
800R ³⁾	4.0	2000	1000	640	3800 ~ 580000

注：1)精确的毛细管校正系数必须用粘度标准样测得。

2)表中所示的粘度范围是对应 60 ~ 400s 的，也可以使用较长的流动时间(1000s 以下)。

3)为屋面沥青设计的一种特殊规格，在计时标志 F 以上增加了 5mm 和 10mm 计时线，用这一计时标志和 B 段的校正系数，可以增加粘度的测定范围。

附录 D 粘度计的校正 (补充件)

D1 范围

本附录介绍校正或检验本方法所使用的粘度计所需要的材料和步骤。

D2 材料

具有表 D1 所列近似粘度值的标准粘度样。

D3 校正

利用标准粘度样校正粘度计，其校正步骤如下：

D3.1 从表 D1 中选择一个在校正温度下最小流动时间为 60s 的标准粘度样。

D3.2 将该标准样倒入干净、干燥的待校粘度计中，至装料线 $E \text{mm} \pm 2 \text{mm}$ (见图 2)。

D3.3 将装有样品的粘度计放入温度精确至 $\pm 0.01^\circ\text{C}$ 的水浴中。

D3.4 建立真空系统，使真空度保持在 $39996 \text{Pa} \pm 67 \text{Pa}$ ($300 \text{mmHg} \pm 0.5 \text{mmHg}$)。用旋塞阀把粘度计与真空系统连接起来。

D3.5 粘度计放入水浴中 $30 \text{min} \pm 5 \text{min}$ 后，打开旋塞阀，使标准样流入毛细管。

D3.6 用秒表测量弯月面前沿通过计时标志 F 和 G 所需的时间(精确到 0.1s)和通过计时标志 G 和 H 所需的时间(精确到 0.1s)。

D3.7 毛细管校正系数按式(D1)计算：

$$k = \rho_v / t \dots\dots\dots (D1)$$

式中： ρ_v ——校正温度下标准样的粘度，Pa·s；

t——流动时间 s。

k ——真空度为 $39996\text{Pa} \pm 67\text{Pa}$ ($300\text{mmHg} \pm 0.5\text{mmHg}$) 下粘度计的校正系数, $\text{Pa}\cdot\text{s}/\text{s}$ 。

D3.8 利用同一标准样或另一标准样重复这些校正步骤, 计算各毛细管和平均校正系数 K 。每一个毛细管两次测定的校正系数 K 必须在它们平均值的 2% 以内。毛细管的校正系数与温度无关。

D4 利用标准真空粘度计校正真空粘度计, 具体校正步骤如下:

D4.1 任意选择一种流动时间至少为 60s 的石油沥青, 再挑选一支已知毛细管系数的标准粘度计。

D4.2 将标准粘度计与要校正的粘度计一起安装在同一个水浴中 (60°C), 按照 5.1 ~ 5.8 节中所叙述的步骤测定沥青的流动时间。

D4.3 校正系数 k_1 按式 (D2) 计算:

$$k_1 = (t_2 \cdot k_2) / t_1 \quad \dots\dots\dots (D2)$$

式中: k_1 ——被校正的粘度计的校正系数;

t_1 ——被校正的粘度计的流动时间, s;

k_2 ——标准粘度计的毛细管系数;

t_2 ——标准粘度计的相应流动时间, s。

表 D1 粘度标准样品

粘 度 号	近似粘度, $\text{Pa}\cdot\text{s}$	
	20 $^\circ\text{C}$	38 $^\circ\text{C}$
N30000	150	24
N190000	800	160
S30000		24

附 录 E
温度计规格
(补充件)

本温度计应符合下列要求:

温度范围,℃	58.6~61.4
浸入深度	全浸
最小分度,℃	0.05
每一较长刻度,℃	0.1和0.5
刻数字,℃	1
刻度误差不超过	在60℃时0.1℃
膨胀室允许加热到,℃	105
全长,mm	300~310
杆直径,mm	6~8
水银球长度,mm	45~55
水银球直径,mm	不大于杆直径
从球底至58.6℃刻度距离,mm	145~165
刻线部分长度,mm	40~90
冰点刻度范围,℃	-0.3~0.3
至收缩室底的距离,mm	大于100
至收缩室顶的距离,mm	小于125

附加说明:

本标准由石油大学提出并技术归口。

本标准由石油大学重质油研究所负责起草。

本标准主要起草人张昌祥、张玉贞。

本标准等同采用美国试验与材料协会标准 ASTM D2171-85《真空毛细管粘度计测定石油沥青粘度》。