

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。

#### 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%。

#### 条文说明

本试验法仍保留 2000 年试验规程中的方法,但作了一些改动。考虑到现在有的沥青材料需要做灰分含量试验,所以扩大了适用范围。对高温炉原方法要求温度是 950℃,由于试验是在控制温度 900℃ ± 10℃ 煅烧,所以本次修订要求高温炉的控制温度为 900℃ ± 10℃。在重复煅烧时,要求连续称量两次的差数不大于 0.3mg。AASHTO T 111 沥青材料无机物或灰分含量测定方法为用一坩锅内盛 3~5g 试样加热至燃烧,后用碳酸铵饱和溶液中和的燃烧法(与本规程 T 0722 类似)。本规程仍采用高温炉方法,两者略有不同。

### T 0615—2011 沥青蜡含量试验(蒸馏法)

#### 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。

## 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  $-30^{\circ}\text{C}$ ,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  $10 \sim 16\mu\text{m}$ 。

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)。

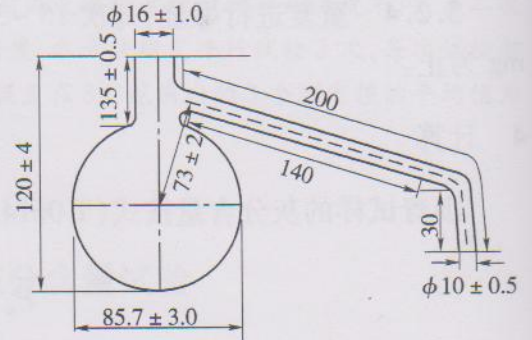


图 T 0615-1 蒸馏烧瓶(尺寸单位:mm)

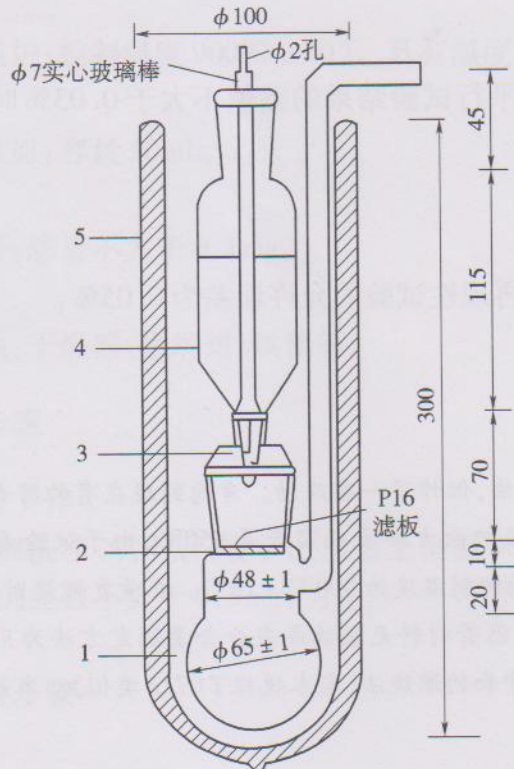


图 T 0615-2 冷却过滤装置(尺寸单位:mm)

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

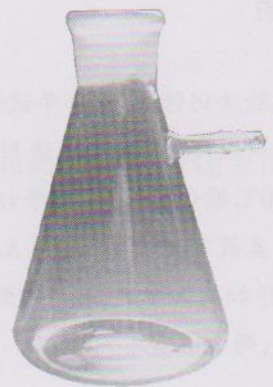


图 T 0615-3 蜡过滤瓶

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

2.6 分析天平:感量不大于  $0.1\text{mg}$ 、 $0.1\text{g}$  各 1 台。

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

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。

### 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  $0.1\text{g}$ ,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  $0.1\text{mg}$ ,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 $0.1\text{g}$ 。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。

**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。

如用燃气灯时,应调节火焰高度将蒸馏瓶周围包住。

**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 $5 \sim 8\text{min}$ 内开始初馏(支管端口流出第一滴馏分);然后以每秒两滴( $4 \sim 5\text{mL}/\text{min}$ )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 $25\text{min}$ 内完成。蒸馏完后支管中残留的馏分不应流入接受器中。

**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 $0.05\text{g}$ 。

**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( $250\text{mL}$ )中,称取用于脱蜡的馏分油质量 $1 \sim 3\text{g}$ ( $m_2$ ),准确至 $0.1\text{mg}$ 。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 $0.05 \sim 0.1\text{g}$ 蜡,但取样量不得超过 $10\text{g}$ 。

**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 $100\text{mm}$ 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 $150\text{mm}$ 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。

**3.2.8** 将盛有馏分油的锥形瓶注入 $10\text{mL}$ 无水乙醚,使其充分溶解;然后注入试样冷却筒中,再用 $15\text{mL}$ 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 $25\text{mL}$ 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 $1\text{h}$ ,使蜡充分结晶。在带有磨口塞的试管中装入 $30\text{mL}$ 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 $15\text{min}$ 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。

**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  $105^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$  的烘箱中除去石油醚; 然后放入真空干燥箱 ( $105^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 、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

## 条文说明

沥青的蜡含量是沥青技术要求中比较重要的指标,试验误差也比较大,这与人的操作熟练程度等有关。本次修订尽量与国标的方法一致,去掉了原方法中蜡分离方法二,这是由于在2000年修订时新的蜡分离冷却装置不过关,为了过渡保留了1983年的过滤方法,但是这种方法温度不容易控制,过滤过程中需要用干冰等方法控温。

原方法中的再现性允许误差范围太宽,本次修订参照国标规定统一了允许误差。

石油沥青中的蜡含量测定是个比较复杂的问题,它是以蒸馏法馏出油分后,使蜡在规定的溶剂及低温下结晶析出,蜡含量以质量百分率表示。目前关于沥青中蜡含量测定的方法很多,欧洲就有很多种,如:德国 DIN 52015 蒸馏方法、法国 NF-T66、IR method、Iatroscan method(与 DIN 52015 方法结果具有较好的相关性)等。

1999年欧洲颁布的 EN12591(1999)“Bitumen and bituminous binders—Specifications for paving grade bitumens”提出了两种蜡含量测定方法,即蒸馏法(EN12606-1)和萃取法(EN12606-2)。其中 EN12606-1 参考了1980年 DIN 52015,现在德国废除了 DIN 52015(1980),也采用了 EN12606-1 蒸馏法。而 EN12606-1 方法中过滤馏分油中蜡的分离不是采用砂芯漏斗,而是采用滤纸。根据其试验方法要求采用  $\phi 110\text{mm}$  的接近中速或者中—快速的定量分析滤纸,这与 DIN 的规定是一样的。查看欧洲最著名的 Munktell 和 Sartorius 实验室定量分析滤纸规格, Munktell 中—快速滤纸孔径一般为  $8\sim 10\mu\text{m}$ , 中速滤纸孔径为  $7\mu\text{m}$ ; 而 Sartorius 中—快速滤纸孔径为  $8\sim 12\mu\text{m}$ 。因此可以看出,欧洲方法过滤馏分油中蜡的分离采用的滤纸孔径为  $7\sim 12\mu\text{m}$ 。

我国1993年和2000年《公路工程沥青及沥青混合料试验规程》中的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 中的蒸馏法经修订而成的。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 中规定砂芯漏斗采用国际标准 P16 规格

(7~16 $\mu\text{m}$ )中的10~16 $\mu\text{m}$ ,而SH/T 0425方法中要求采用20~30 $\mu\text{m}$ ,即属于P30规格(孔径16~30 $\mu\text{m}$ )。现在无法找到SH/T 0425方法差异的原因,日本石油协会JPI方法也根本没有砂芯漏斗孔径为16~30 $\mu\text{m}$ 的标准,而DIN 52015和欧洲EN12606-1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,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,EN12606-1滤纸孔径为7~12 $\mu\text{m}$ ,对应的砂芯漏斗孔径也应该是7~12 $\mu\text{m}$ ,与国际标准P16规格的砂芯漏斗7~16 $\mu\text{m}$ 基本对应,但是这与SH/T 0425的砂芯漏斗孔径20~30 $\mu\text{m}$ 相差太大。砂芯漏斗的孔径对含蜡量测定结果有一定的影响,砂芯漏斗的孔径越小,其蜡沉淀物相应越多,其含蜡量结果偏高,反之则含蜡量结果偏低。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。

## T 0616—1993 沥青与粗集料的黏附性试验

### 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。

### 2 仪器与材料技术要求

2.1 天平:称量500g,感量不大于0.01g。

2.2 恒温水槽:能保持温度 $80^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ 。

2.3 拌和用小型容器:500mL。

2.4 烧杯:1 000mL。

2.5 试验架。

2.6 细线:尼龙线或棉线、铜丝线。

2.7 铁丝网。

2.8 标准筛:方孔筛,9.5mm、13.2mm、19mm各1个。