

一些学者对本方法提出了许多不同意见,指出过分依赖于本方法确定的黏附性等级,忽视沥青混合料水损害试验方法是危险的,生产单位应予重视。由于沥青与粗集料黏附性试验的局限性,它主要用于确定粗集料的适用性,对沥青混合料的综合抗水损害能力必须通过浸水马歇尔试验、冻融劈裂试验等进行检验。

本方法中水浸法所用器具及材料均参照日本道路协会铺装试验法便览 3-4-16 的方法编写。考虑到目测的剥离面积不可能太准,故评定等级的标准不采用剥离面积百分率,仍统一以等级表示。同样为适用于水浸法试验,将原集料裸露的提法改为剥离面积百分率(或剥离度),更为确切。

沥青与矿料的黏附性等级评定往往因人而异。为弥补这一缺点,本方法规定由两名以上经验丰富的试验人员分别目测后取平均值。

T 0617—1993 沥青化学组分试验(三组分法)

1 目的与适用范围

本方法适用于用抽提法进行道路石油沥青的三组分成分分析。

2 器具与材料技术要求

2.1 锥形瓶:200mL,带磨口玻璃塞。

2.2 冷凝管:直形或弯形。

2.3 烧杯:250mL、1 000mL。

2.4 漏斗:直径约 9cm。

2.5 脂肪抽提器:500mL,形状如图 T 0617-1 所示。

2.6 玻璃漏斗:直径约 4cm,编号 G3 或 G4。

2.7 吸滤瓶:500mL。

2.8 定性滤纸:大张。

2.9 定量滤纸:直径约 12cm。

2.10 冷冻机或冷却过滤装置:冷却过滤装置如图 T 0617-2 所示。

2.11 保温瓶(桶)。

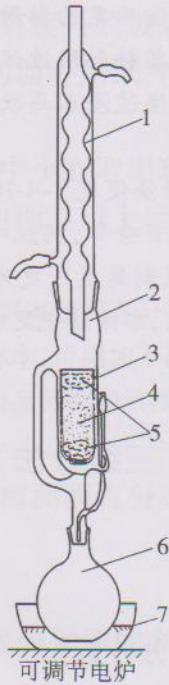


图 T 0617-1 脂肪抽提器

1-冷凝管;2-脂肪抽提器;3-滤纸筒;4-试样及硅胶;5-脱脂棉;6-烧瓶;7-砂浴

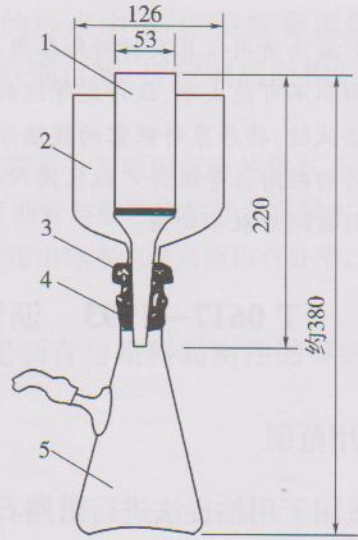


图 T 0617-2 冷却过滤装置(尺寸单位:mm)

1-玻璃漏斗;2-玻璃外套;3-橡胶垫圈;4-玻璃磨塞;5-吸滤瓶

2.12 真空泵或水流泵。

2.13 砂浴或附有温度调节器的电炉。

2.14 分析天平:感量不大于0.1mg。

2.15 正庚烷、苯、无水乙醇、甲基乙基酮(丁酮):分析纯。

2.16 硅胶:微球形、粒度0.35~0.125mm、孔径大于8nm。

2.17 工业酒精及干冰。

2.18 其他:烘箱、干燥器、洗液、蒸馏水、脱脂棉、牛角勺、吸液管、表面皿、玻璃棒、搪瓷盘、广口瓶等。

3 方法与步骤

3.1 准备工作

3.1.1 按 T 0602 的方法准备沥青试样。

3.1.2 将锥形瓶、烧杯、漏斗等用洗液、水及蒸馏水先后洗净,并置温度为 $110^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 的烘箱中烘干。

3.1.3 将烘干的锥形瓶冷却后编号,并置干燥器中备用。

3.2 沥青质含量测定步骤

3.2.1 将锥形瓶洗净、烘干,称取质量 m_1 ,用其称取约 1g 沥青试样(m),准确至 0.1mg。

3.2.2 将盛有试样的锥形瓶,置砂浴或电炉上微热,使沥青熔化,在瓶底上均匀分布成一薄层。注入正庚烷 30mL(液体沥青)或 40mL(黏稠沥青),装妥冷凝器,接通冷却水,置砂浴或砂盘(电炉)上,使溶剂煮沸回流 0.5 ~ 1h,将试样充分溶解。

3.2.3 使正庚烷溶液稍冷却,取下锥形瓶,用玻璃塞塞妥,并静置于暗橱中过夜,使沥青质充分沉淀。

3.2.4 次日,不经搅动将正庚烷溶液过滤至一干净的烧杯中。锥形瓶内的残留物及滤纸,用少量热正庚烷洗涤 2 ~ 3 次,最后用吸液管沿滤纸周边反复用正庚烷冲洗,直至滤纸及滤液无色为止。烧杯中的滤液,用表面皿盖妥,留待测定胶质及油蜡含量之用。

3.2.5 滤纸上的残留物用热苯使之溶解至原锥形瓶(m_1)中,并用热苯洗涤滤纸,至滤液无色为止。

3.2.6 将锥形瓶中苯溶剂回收后,置烘箱($110^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$)中烘至恒重(m_2),准确至 0.1mg。

3.3 胶质含量测定步骤

3.3.1 活化硅胶:将硅胶置于一大烧杯中,加蒸馏水煮沸 30min。注意煮沸时要用玻璃棒勤加搅拌,以防迸溅。静置冷却后,倾析出上面清水,再用蒸馏水洗涤 1 ~ 2 次。然后,将硅胶倒入一搪瓷盘中,置烘箱($105^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$)中烘干后,再将烘箱温度继续升高至 150°C ,并保持 5h。取出搪瓷盘,在室温下冷却后,再将硅胶储存在一带塞的广口瓶中备用。

3.3.2 卷制滤纸筒:当缺乏专用的滤纸筒时,将大张滤纸裁成 $18\text{cm} \times 40\text{cm}$ 大小

后,将滤纸放在一直径约4cm的玻璃管上,卷成一直径4cm、长14cm带底的滤纸筒。注意,随卷纸,随逐渐把底边折好。纸筒卷成后,用大头针将底别好,并用棉线把筒的上口系牢。

3.3.3 将活化后的硅胶,逐步加入到盛有脱除沥青质的正庚烷溶液的烧杯中,并不停地用玻璃棒搅拌。硅胶的用量取决于沥青的种类。加入硅胶后,上层正庚烷溶液以呈浅黄色为度,一般用量为试样的30~50倍。硅胶加完后,用表面皿盖好,并静置6~8h。

3.3.4 在滤纸筒的底部,先铺一薄层脱脂棉后,再用牛角勺将烧杯内吸附有溶液的硅胶装(压)入滤纸筒中,并用一端裹有脱脂棉的玻璃棒仔细将烧杯内部及牛角勺擦净。擦净用的脱脂棉一并装入滤纸筒内。最后,在硅胶上面再用一薄层脱脂棉覆盖。

3.3.5 抽提油蜡:将装好硅胶的滤纸筒放入脂肪抽提筒内,再将正庚烷200mL注入烧瓶中,然后装妥冷凝器,置砂浴或电炉的砂盘上加热回流,并保持冷凝管端2~3滴/s的速度,抽提时间一般不少于16h。抽提结束后,待稍冷却,取下烧瓶,将正庚烷溶液用滤纸过滤至一已称质量的锥形瓶(m_3)中,以除去可能带入的硅胶粉末。烧瓶及滤纸用少量正庚烷洗涤2~3次,洗液一并装入锥形瓶内。此项正庚烷溶液留待测定油蜡含量之用。

3.3.6 抽提胶质:将苯与乙醇的混合液(体积比4:1)200mL注入烧瓶中,装妥抽提筒及冷凝器,继续在砂浴(砂盘)上加热,并保持冷凝管端口2~3滴/s的速度,抽提时间一般不少于20h。

抽提结束后,稍冷取下烧瓶,并将瓶中苯—乙醇混合溶液用滤纸过滤至另一已称质量的锥形瓶(m_4)中,以除去可能带入的硅胶粉末。烧瓶及滤纸再用少量苯—乙醇混合液洗涤2~3次,洗液一并装入锥形瓶内。

3.3.7 将盛有苯—乙醇滤液的锥形瓶回收苯—乙醇混合液后,置 $110^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 的烘箱中烘至恒重(m_5),准确至0.1mg。

3.4 油分与蜡含量测定步骤

3.4.1 将玻璃漏斗、吸滤瓶、甲乙酮(丁酮)—苯混合液(体积比3:2)等置预先冷却至 -20°C 的冷冻机内冷却。当采用图T 0617-2所示的冷却过滤装置时,可仅将甲乙酮—苯混合液置于盛酒精—干冰的保温瓶内冷却至 -20°C 。

3.4.2 用盛有正庚烷溶液的锥形瓶(m_3)回收正庚烷后,置 $105^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 的烘箱内烘

至恒重(m_6),准确至0.1mg。

3.4.3 将盛有烘干油蜡的锥形瓶置砂浴上微热,使油蜡熔化,并注入苯12mL,然后在不断摇动的状态下逐渐注入甲乙酮18mL。如在注入甲乙酮后,有絮状结晶析出,则应将锥形瓶再置砂浴上小心地加热(不允许明火)至接近混合液的沸点,同时不断摇动,至溶液完全透明为止(如有地蜡,溶液可有轻微乳浊)。

3.4.4 将盛有混合液的锥形瓶冷却至室温后,置预先冷却的冷冻机或盛有酒精—干冰的保温瓶内,使混合液冷却至 -20°C ,并继续保持30min。

3.4.5 在冷冻机内,将混合液倾至装在吸滤瓶上并已冷却至 -20°C 的玻璃漏斗中,用真空泵或流水泵抽滤。再用少量预先冷却至 -20°C 的甲乙酮—苯混合液洗涤圆锥形瓶及漏斗2~3次。

当使用图T 0617-2所示的冷却过滤装置时,先在玻璃外套中注入工业酒精至容积的2/3处,并在酒精中悬挂一负温度计。将干冰逐渐加入酒精中,使温度下降至 -20°C ,并保持此温度。然后,将预先在保温瓶内冷却并保温为 -20°C 的混合液倾入玻璃漏斗中,用真空泵或流水泵吸滤。溶液吸滤将尽时,用预先冷却至 -20°C 的甲乙酮—苯混合液洗涤原锥形瓶及漏斗2~3次。

3.4.6 吸滤结束后,将吸滤瓶内的滤液倾入一已称质量的锥形瓶(m_7)中,并用少量甲乙酮—苯洗涤吸滤瓶2~3次,洗液一并装入锥形瓶内。

3.4.7 玻璃漏斗上的蜡,用热苯溶解,并用真空泵或流水泵吸滤。然后,用少量热苯再洗涤玻璃漏斗2~3次。吸滤后,将吸滤瓶内的苯溶液倾入原冷冻油蜡的锥形瓶(m_3)内。

3.4.8 用盛有甲乙酮—苯溶液(m_7)及苯溶液(m_3)的锥形瓶分别回收溶剂后,置烘箱 $105^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 中烘至恒重(m_9 、 m_8),准确至0.1mg。

4 计算

4.1 试样中沥青质的含量按式(T 0617-1)计算。

$$A_s = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100 \quad (\text{T 0617-1})$$

式中: A_s ——沥青质含量(%);

m ——试样质量(g);

m_1 ——锥形瓶质量(g);

m_2 ——锥形瓶与沥青质合计质量(g)。

4.2 试样的胶质含量按式(T 0617-2)计算。

$$R = \frac{m_5 - m_4}{m} \times 100 \quad (\text{T 0617-2})$$

式中: R ——试样中胶质含量(%);

m ——试样质量(g);

m_4 ——锥形瓶质量(g);

m_5 ——锥形瓶与胶质合计质量(g)。

4.3 试样的油分及蜡含量按式(T 0617-3)~式(T 0617-5)分别进行计算。

$$P_{\text{OP}} = \frac{m_6 - m_3}{m} \times 100 \quad (\text{T 0617-3})$$

$$P_{\text{O}} = \frac{m_9 - m_7}{m} \times 100 \quad (\text{T 0617-4})$$

$$P_{\text{P}} = \frac{m_8 - m_3}{m} \times 100 \quad (\text{T 0617-5})$$

式中: P_{OP} ——试样的油蜡含量(%);

P_{O} ——试样的油分含量(%);

P_{P} ——试样的蜡含量(%);

m_3 ——回收苯溶液后的锥形瓶质量(g);

m_7 ——回收甲乙酮—苯溶液后的锥形瓶质量(g);

m_6 ——锥形瓶与油蜡合计质量(g);

m_8 ——锥形瓶与蜡合计质量(g);

m_9 ——锥形瓶与油分合计质量(g)。

5 报告

同一试样至少平行试验两次,当两次平行试验结果与其平均值的误差不超过 10% 时,取其平均值作为试验结果。

条文说明

本方法仍沿用 1983 年试验规程中的方法(沥 119—83),即国际上常用的马卡森(Marcusson)法,是一种典型的溶剂吸附法,只是对文字叙述作了少量修改。

T 0618—1993 沥青化学组分试验(四组分法)

1 目的与适用范围

本方法适用于采用溶剂沉淀及色谱柱法进行道路石油沥青的四组分成分分析。