

的浮漂仪水槽中,同时按动秒表。

**3.2.3** 试样受热软化,并被逐渐冲出铜管。当规定温度的水使铜管内试样冲破后浸入浮碟内时,立即按停秒表,并记取时间,准确至 1s。

#### 4 报告

同一试样至少平行试验两次,当两次试验结果之差值不大于 4s 时,取平均值作为试验结果。

#### 条文说明

本试验法基本按照 1983 年试验规程中所列的试验法(沥 111—83)并参照 ASTM D 139 及 AASHTO T 50 作了局部修改或补充。图 T 0631-1 中尺寸按 AASHTO T 50 作了改正,将铜管总高 22.5mm ± 0.5mm 改为 22.5mm ± 0.2mm,拧入部分由 2.5mm 改为 3mm,浮碟厚由 2.5mm 改为 1.4mm ± 0.1mm。

浮漂度的试验温度在液体石油沥青及煤沥青的标准中一般都有规定,我国液体石油沥青蒸馏后残留物的浮漂度试验温度为 50℃,在煤沥青标准中无规定,在 ASTM D 490 中规定为 32℃ 及 50℃。

关于允许误差,ASTM D 139—77 中规定:当煤沥青浮漂度为 32~50℃ 时,重复性试验允许误差为平均值的 6.5%,再现性试验的允许误差为 11.9%。但 AASHTO T 50—81(1986) 已将此规定全部删去,故本规程保留 1983 年试验规程中两次差值不大于 4s 的要求,但不作为允许误差要求。

### T 0632—1993 液体石油沥青蒸馏试验

#### 1 目的与适用范围

本方法适用于测定液体石油沥青材料的馏分含量。根据需要,残留物可进行针入度、黏度、延度、浮漂度等各种试验。除非特殊需要,当海拔为零时,各馏分蒸馏的标准切换温度为 225℃、316℃、360℃。

#### 2 仪器与材料技术要求

**2.1** 蒸馏烧瓶:形状和尺寸如图 T 0632-1 所示。

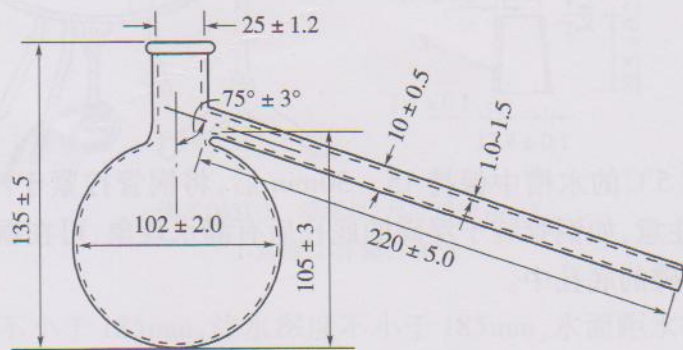


图 T 0632-1 蒸馏烧瓶(尺寸单位:mm)

2.2 保温罩:形状和尺寸如图 T 0632-2 所示,由金属(1mm 厚)片制成,周围内衬 3mm 厚的石棉,并有两个对称的云母小窗,罩底及两个半圆拼成的顶盖内衬 6mm 厚的石棉层。

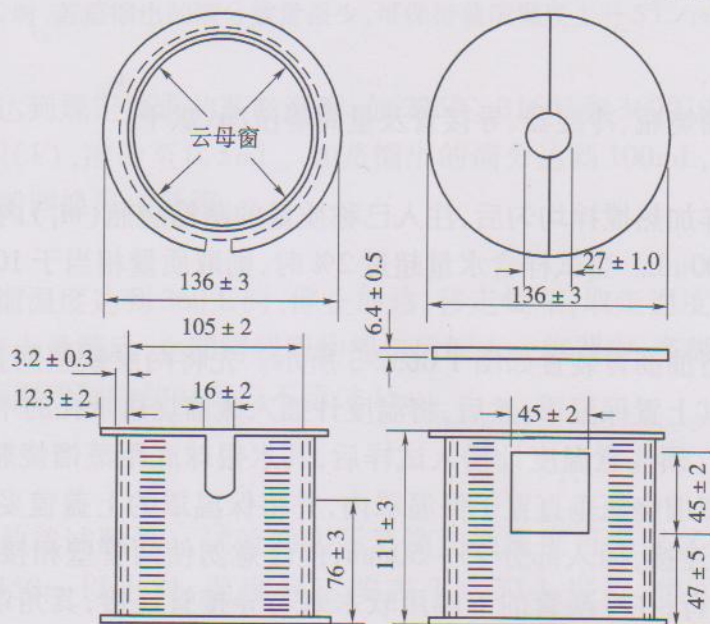


图 T 0632-2 保温罩(尺寸单位:mm)

2.3 冷凝管。

2.4 可调加热炉。

2.5 铁架:两个,一个上有铁环,用以支承蒸馏瓶和保温罩;一个上有铁夹,用以夹持冷凝器。

2.6 量筒:100mL,刻度 0.5mL。

2.7 温度计:量程  $0 \sim 360^{\circ}\text{C}$ ,分度值  $1^{\circ}\text{C}$ 。

2.8 导接管:玻璃(厚约 1mm)制,牛角形,弯角约  $105^{\circ}$ ,大端内径约 18mm,小端内径不小于 5mm。

2.9 铁丝网。

2.10 天平:感量不大于 0.1g。

2.11 其他:残留物盛样器、软木塞或橡胶塞等。



### 3 方法与步骤

#### 3.1 准备工作

3.1.1 将蒸馏烧瓶、冷凝器、导接管及量筒等洗净、烘干。

3.1.2 将试样加热搅拌均匀后,注入已称质量的蒸馏烧瓶( $m_1$ )内,其质量相当于按密度折算为体积 200mL。当试样含水量超过 2% 时,则取质量相当于 100mL 体积的试样。

3.1.3 液体石油沥青装置如图 T 0632-3 所示。先将两层铁丝网置于铁架的铁环或加热炉具上,并在其上置保温罩;然后,将温度计插入蒸馏烧瓶带孔的木塞中,并用软木塞或橡胶塞塞紧瓶口,须注意温度计插入试样后,其水银球底距蒸馏烧瓶底约 6~7mm;温度计装妥后,再将蒸馏烧瓶垂直置于保温罩内,并将保温罩的上盖盖妥;用木塞将蒸馏烧瓶的支管与冷凝管连接,插入部分 25~50mm,但注意勿使两管壁相接触,并使冷凝管与蒸馏烧瓶的轴线平行;在冷凝管的下端用软木塞与导接管连接,其角端伸入量筒中至少 25mm,但不得低于 100mL 的刻度标志。为避免蒸馏出的馏分损失,量筒上可盖一厚纸板或木板,板上穿一洞以备导接管下端通过。仪器全部装妥后,在冷凝管的外套筒接通水源,使水由冷凝管的下端进入,由上端流出。

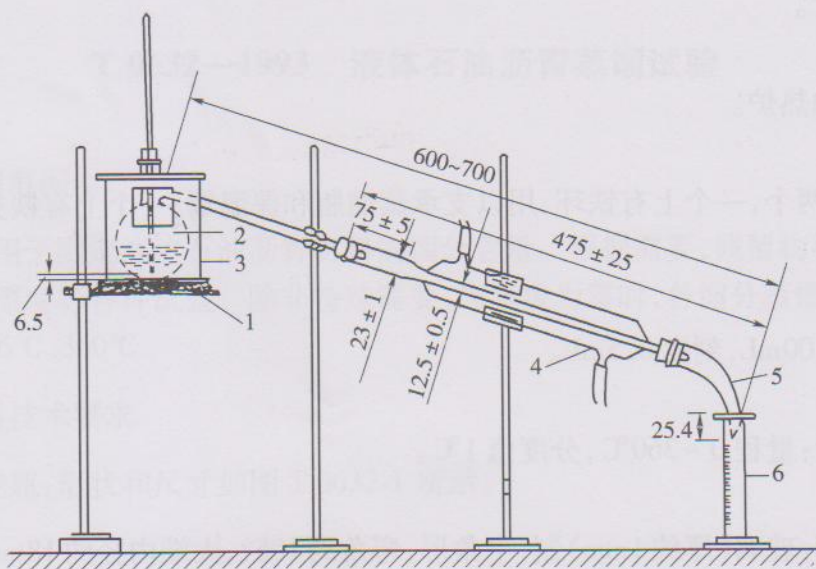


图 T 0632-3 液体石油沥青蒸馏装置(尺寸单位:mm)

1-调节加热器;2-蒸馏烧瓶;3-保温罩;4-冷凝管;5-牛角管;6-量筒

#### 3.2 试验步骤

3.2.1 将蒸馏烧瓶均匀加热,使第一滴蒸馏液滴出时间不早于 5min,亦不迟于 15min。以后须调节加热温度,使蒸馏速度 260℃ 前为 50~70 滴/min,260~316℃ 为 20~

70 滴/min, 316 ~ 360℃完成蒸馏时间不超过 10min。在加热过程中, 如试样起泡沫, 蒸馏速度可略降低, 但应尽快恢复正常。

注: 蒸馏至 316℃时, 若蒸馏出的馏分数量很少, 可保持蒸馏温度上升 5℃/min 以上。

**3.2.2** 每当达到规定要求的蒸馏温度, 如 225℃、316℃和 360℃时, 立即读记量筒内蒸馏出馏分的体积( $V$ ), 准确至 0.5mL。如蒸馏出的馏分达到 100mL, 而温度尚未达到最后的温度时, 应立即调换另一量筒。

**3.2.3** 当蒸馏温度达到 360℃时, 停止加热, 移走烧瓶, 取走温度计。待蒸馏烧瓶及冷凝管中蒸馏液流入量筒后, 立即将残留物摇匀后倾入一容器中, 备做其他试验使用。从停止蒸馏至开始倾倒残留物的时间应不超过 15s。

### 3.3 温度修正

根据需要(如仲裁试验等), 试验的实际蒸馏切换温度可根据试验室的高程进行修正。通常在海拔 150m 以上时, 温度修正按表 T 0632-1 进行, 也可根据大气压按表 T 0632-2 进行修正。

表 T 0632-1 高程与温度的换算

高程(m)	实际的蒸馏温度(℃)				
	1	2	3	4	5
-305	192	227	263	318	362
-152	191	226	261	317	361
0	190	225	260	316	360
152	189	224	259	315	359
305	189	224	258	314	358
457	188	223	258	313	357
610	187	222	257	312	356
762	186	221	256	312	355
914	186	220	255	311	354
1 067	185	220	254	310	353
1 219	184	219	254	309	352
1 372	184	218	253	308	351
1 524	183	218	252	307	350
1 676	182	217	251	306	349
1 829	182	216	250	305	349
1 981	181	215	250	305	348
2 134	180	215	249	304	347
2 286	180	214	248	303	346
2 438	179	213	248	302	345

注: 本试验使用表中第 2、4、5 列的温度。



表 T 0632-2 温度的气压修正系数

公称温度 (℃)	每 1.333kPa(10mmHg)气压差的修正系数 (℃)	公称温度 (℃)	每 1.333kPa(10mmHg)气压差的修正系数 (℃)
160	0.514	275	0.65
175	0.531	300	0.68
190	0.549	315.6	0.698
225	0.591	325	0.709
250	0.62	360	0.751
269	0.632		

注:不足 101.325kPa(760mmHg)为减,大于 101.325kPa(760mmHg)为加。

#### 4 计算

4.1 各规定蒸馏温度的馏分含量按式(T 0632-1)计算。

$$P_i = \frac{V_i}{(m_2 - m_1)/\rho} \times 100 \quad (\text{T 0632-1})$$

式中: $P_i$ ——规定蒸馏温度的馏分含量(体积)(%) ;

$V_i$ ——规定蒸馏温度的馏分体积(mL) ;

$m_1$ ——蒸馏烧瓶质量(g) ;

$m_2$ ——蒸馏烧瓶及试样合计质量(g) ;

$\rho$ ——试样密度( $\text{g}/\text{cm}^3$ )。

4.2 蒸馏后残留物含量按式(T 0632-2)计算。

$$P_R = \frac{m_R - m_1}{(m_2 - m_1)/d} \times 100 \quad (\text{T 0632-2})$$

式中: $P_R$ ——蒸馏残留物含量(%) ;

$m_R$ ——蒸馏烧瓶与残留物合计质量(g)。

#### 5 报告

同一试样至少平行试验两次,取其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平均值的 1.0% ;再现性试验的允许误差对 175℃ 以下馏分为平均值的 3.5% ,对 175℃ 以上馏分为平均值的 2.0% 。

#### 条文说明

本方法是在 1983 年试验规程(沥 110—83)的基础上参照 ASTM D 402 方法修改制定的,明确蒸馏后残留物视需要可进行黏度、浮漂度等试验。

蒸馏温度范围,ASTM 等规定为 0~190℃、190~225℃、225~260℃、260~316℃。我国液体石油

沥青技术要求无 190℃, 仅有 225℃、315℃、360℃, 故本试验法统一为 225℃、315℃、360℃, 且把 315℃ 改为 316℃, 以与国外统一。

按 ASTM 方法补充了蒸馏温度范围 316~360℃ 及各温度范围的蒸馏速度、蒸馏后残留物含量的计算公式。关于蒸馏切换温度受气压或高程的影响, 1983 年试验规程不考虑。本方法按照 AASHTO 及日本的试验法列入修正温度的表格供需要时(如仲裁试验)使用。

## T 0633—1993 液体石油沥青闪点试验(泰格开口杯法)

### 1 目的与适用范围

本方法适用于采用泰格开口杯(简称 TOC)测定闪点低于 93℃ 的液体石油沥青材料的闪点。

### 2 仪器与材料技术要求

2.1 闪点仪: 泰格开口杯式, 形状和尺寸如图 T 0633-1 所示。它由下列部分组成:

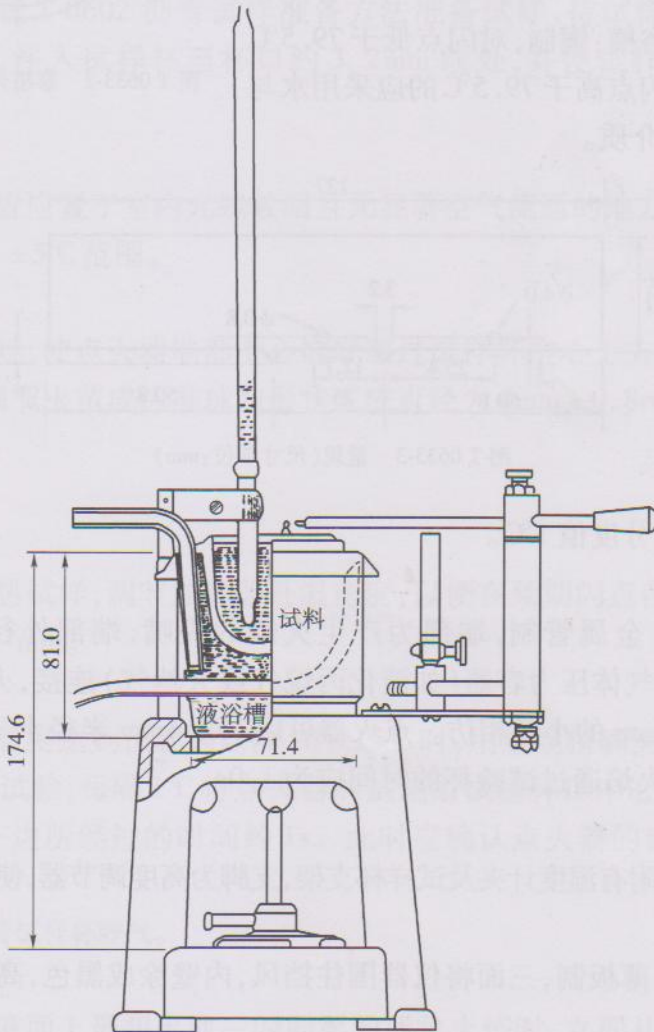


图 T 0633-1 闪点仪(尺寸单位:mm)