

众所周知,沥青的薄膜加热试验受热过程相当于沥青混合料的拌和过程的老化,由此说明,对掺加抗剥落剂的沥青立即进行水煮法黏附性试验将有可能使某些不耐热的质量不好的抗剥落剂蒙混过关,因此必须对掺加抗剥落剂的沥青先进行薄膜加热试验,然后再进行黏附性试验。

实际上,有一些单位在检验抗剥落剂性能时,已经采用了一些检测长期性能的措施,如将沥青掺加抗剥落剂之后,先放在烘箱中烘相当长的时间,或者将沥青混合料试件放进烘箱中烘一定时间等等。不过由于我国没有统一的试验方法,具体操作上全凭试验单位自己的经验和看法,确定了各种各样的试验步骤。在这种情况下,统一我国的试验方法势在必行。

T 0664—2000 改性沥青用合成橡胶乳液试验

1 目的与适用范围

本方法适用于对道路沥青改性用的合成橡胶乳液进行质量检验。

2 仪具与材料技术要求

2.1 烘箱:50~200℃,恒温控制准确度为 $\pm 1^\circ\text{C}$ 。

2.2 分析天平:感量不大于0.1mg。

2.3 玻璃皿:平底,有盖,直径约60mm,高约15mm。也可采用铝合金皿。

2.4 酸度计:pH值最小分度0.02,附有玻璃电极和甘汞电极。当被测试样pH大于10时,应采用锂玻璃电极。

2.5 硼砂:0.01mol/L溶液,将3.814g硼砂($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$)溶于水,在容量瓶中稀释至1000mL。

溶液应保存于耐化学腐蚀的玻璃瓶或聚乙烯瓶中,瓶塞上应装有吸收二氧化碳的钠石灰。此溶液有效使用期为1个月,在23℃时,pH值为9.20。

2.6 邻苯二甲酸氢钾:0.05mol/L溶液,将0.210g邻苯二甲酸氢钾溶于水,在容量瓶中稀释至1000mL。

溶液应保存于耐化学腐蚀的玻璃或聚乙烯瓶中,此溶液有效使用期为1个月。在23℃时,pH值为4.00。

2.7 L型黏度计:适用黏度范围0~2Pa·s。

2.8 黏度计转子:如图T 0664-1所示。其尺寸见表T 0664-1。

表 T 0664-1 转子尺寸(mm)

转子型号	A ±1.3	B ±0.03	C ±0.03	D ±0.06	E ±1.3	F ±0.15
L ₁	115.1	3.18	18.84	65.10	—	81.0
L ₂	115.1	3.18	18.72	6.86	25.40	50.0
L ₃	115.1	3.18	18.70	1.65	25.40	50.0

2.9 玻璃烧杯:内径不小于 85mm,容量不小于 600mL。

2.10 水槽:控制温度 25℃ ±2℃。

2.11 蒸馏水:不含二氧化碳。

2.12 其他:脱脂棉、干燥器、滤网等。

3 方法与步骤

3.1 准备工作

3.1.1 桶装胶乳样品取样

若乳胶桶已用一带螺纹的盖旋紧,桶内空间大于 2%,则可将桶放倒,来回轻轻地滚动不少于 10min;然后把桶翻过来倒立 15min,再重复滚动不少于 15min。

若桶内空间小于 2%,应将桶内胶乳转移到一更大的容器中,用带孔的不锈钢圆板提子上下搅动约 10min,充分混匀。若桶是开盖式的,将盖打开,用带孔的不锈钢圆板提子上下搅拌约 10min,充分混匀。

胶乳混匀后应立即取样。将内径为 10~15mm 两端开口的清洁而干燥的玻璃管慢慢地插入容器底部;然后将玻璃管上端压住密封,取出玻璃管,将管内胶乳移至一清洁而干燥的样品瓶内。重复此操作直到取得所要求的量。

3.1.2 储罐或槽车装胶乳样品取样

取等体积 3 个样品,先在上半部中间取,再在中部取,最后在下半部的中间取;然后将 3 个样品放到一个清洁而干燥的样品瓶中,混匀后密封保存。

如怀疑发生分层现象,从距离顶部表面 75mm 和距离储槽底部 75mm 两处分别取样。如顶部和底部样品的总固物含量相差在 1% 以上,则应将储槽或槽车内胶乳充分混合,直到所取得的样品总固物含量相差小于 1%;然后按上述规定取样。

3.1.3 胶乳样品制备

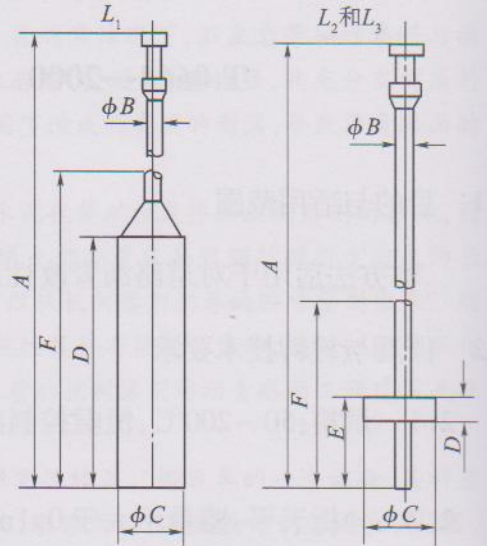


图 T 0664-1 转子图

若胶乳中可见到凝块、结皮或外来物,或者胶乳的凝固物含量超过 0.05% (质量),则除测定凝固物含量外,测定各项目之前应仔细搅拌,并应用网径为 0.18mm 的尼龙或不锈钢网过滤。此情况应在试验报告中记录。

3.2 试验步骤

3.2.1 合成胶乳总固物含量测定方法

1) 加胶乳于洗净、烘干、恒重的玻璃皿中,称取 $2.0\text{g} \pm 0.5\text{g} (m_0)$,准确至 1mg。平缓地转动皿,使胶乳覆盖全部皿底。如有必要,可沿皿壁加入 1mL 蒸馏水,缓缓转动皿使混合均匀。

2) 移去皿盖,将皿水平地放置在已调至 $105^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ 的烘箱内干燥(约 2.5h),以试样失去乳白色而又不变黄为准,取出试样置于干燥器内冷却至室温,加盖称量。再将皿放入烘箱中 15min,取出后冷却、称量。反复此步骤直至相邻两次称量之差小于 1mg,记录胶乳总固物质量(m_1)。

3.2.2 合成胶乳 pH 值测定法

1) 酸度计的校正方法

(1) 接通电源,按仪器使用说明书进行预热。

(2) 依次用水和硼砂溶液洗涤电极,将电极浸泡在硼砂溶液中,酸度计和被测溶液保持在 $23^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$ 条件下,将仪器调整至读数为 9.20,再用另外一份硼砂溶液测定,连续测定 pH 值读数差值应小于 0.05。

(3) 依次用水和邻苯二甲酸氢钾溶液洗涤电极。将电极浸泡在邻苯二甲酸氢钾溶液中,酸度计和被测溶液保持在 $23^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$ 条件下,如果测得邻苯二甲酸氢钾溶液的 pH 值在 3.95 ~ 4.05 之间,则认为仪器符合要求。由于个别电极的灵敏度不同,而不能按上述方法校正酸度计,可用与被测胶乳的 pH 值相近的已知 pH 值的单一溶液校正。

2) 测定合成胶乳 pH 值

(1) 用水洗涤电极并用柔软的吸水纸吸干,将电极泡在胶乳中,酸度计和胶乳均保持在 $23^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$ 条件下,测定胶乳的 pH 值。每个试样要测定 3 次,其测定差值应不大于 0.1。

(2) 若进行一系列测定,则每工作 30min,应用硼砂溶液校正一次酸度计,根据逐次校核结果的变化确定是否需要更频繁地进行校正。

(3) 玻璃电极用完后,应立即用水冲洗玻璃电极上的胶乳;然后用脱脂棉蘸水小心清洗玻璃电极待用。如暂时不用,可将玻璃电极浸在水中,甘汞电极浸泡在饱和氯化钾溶液中保存。

3.2.3 合成胶乳黏度测定法

1) 首先测定胶乳中的总固物含量,如有必要,可加入蒸馏水将胶乳稀释到实际应用

所需的总固物含量。稀释时,应将水缓慢地加入胶乳中,搅拌混合物 5min, 注意避免空气混入。如果胶乳中夹带有空气,且其黏度小于 $0.2\text{Pa}\cdot\text{s}$, 允许将胶乳在常温下放置 24h 以脱除空气。如果胶乳内夹带空气但不含有其他挥发性组成物,且黏度大于 $0.2\text{Pa}\cdot\text{s}$ 者,允许将胶乳在真空下脱气至无气泡为止。试样应用孔径 0.5mm 的不锈钢网仔细过滤。

2) 将胶乳注入烧杯,放在 $25^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ 的恒温水中,慢慢搅拌胶乳,直至温度达到浴温。为了避免带入空气,先将转子与防护器小心地倾斜着插入胶乳中,再将转子牢固地装于电动机轴上,并装好防护器。调整胶乳表面达到转子轴上凹槽的中间刻线处。转子应处于烧杯中间并与液面相垂直。

3) 选择黏度计的转速为 $60\text{r}/\text{min} \pm 0.2\text{r}/\text{min}$ 。开动黏度计的电动机,经过 $20 \sim 30\text{s}$, 依照仪器操作说明方法,取平衡读数。应使用能测出黏度的最小型号的转子。读数应在 $3 \sim 98$ 范围内。

合成胶乳是非牛顿液体,其表观黏度随剪变率和测试时间的变化而变化,故应在固定转子、转速和时间的条件下测定。

4 计算

4.1 合成胶乳的总固物含量按式(T 0664-1)计算。

$$P = \frac{m_1}{m_0} \times 100 \quad (\text{T 0664-1})$$

式中: P ——合成胶乳中的总固物含量(%);

m_0 ——胶乳试样总质量(g);

m_1 ——烘干后的总固物质量(g)。

4.2 合成胶乳的表观黏度按式(T 0664-2)计算。

$$\eta_r = k \times \theta \quad (\text{T 0664-2})$$

式中: η_r ——胶乳在测定温度条件下的表观黏度($\text{mPa}\cdot\text{s}$);

θ ——黏度计平衡时的读数;

k ——仪器的计算因子,由厂家按型号提供。

5 报告

5.1 报告包括胶乳类型,胶乳的总固物含量、pH 值、黏度。

5.2 报告应说明试验所使用的仪器类型、黏度计转子型号、测定方法和标准依据,以及测定过程中的任何异常现象。

6 允许误差

6.1 合成胶乳中的总固物含量平行测定的两个结果的相对误差不得大于 0.5% 。

6.2 合成胶乳的 pH 值平行测定的两个结果之差不得大于 0.1。

6.3 合成胶乳的表观黏度平行测定的两个结果之差不得大于 1%。

条文说明

合成橡胶乳液是常用的道路沥青改性材料,它可以制作改性沥青,还可以制作改性乳化沥青。胶乳改性沥青的方法可以是直接喷入拌和缸与热拌沥青混合料拌和,也可以与热沥青用预混法制作改性沥青使用。

用胶乳制作改性乳化沥青的方法有两种:一种是将胶乳与乳化沥青直接混合制作改性乳化沥青;另一种是将胶乳与水、稳定剂、乳化剂等与热沥青一起进入乳化机、胶体磨等制成改性乳化沥青。

我国对合成胶乳已制定了一些国家标准,这些标准由原化学工业部提出。由于这些标准并非专门针对改性沥青的,使用时要注意鉴别是否有不合适之处。

本试验方法参照相关的合成胶乳国家标准规定编写,这些标准是:

《合成胶乳取样法》(GB 2953—82):适用于合成胶乳的取样,未必适用于配合胶乳、硫化胶乳及水分散橡胶。此标准是以国际标准 ISO 123—1974(E)为主要依据,结合国内实际情况做了适当修改而制定的。1983 年标准概要说明胶乳放置后可能出现膏化。如已发生分层现象,为了得到一个具有代表性的均一样品,胶乳应充分搅拌均匀。所需的操作步骤随所装胶乳的容器种类而定。如果样品从几个桶中取出,例如从 10% 的桶内取出胶乳样品,或从储罐、槽车中取出,须从不同深度抽取。应将这些样品收集在一起混匀,装入瓶中,将瓶口封好保存。

同时应注意不要将样品瓶装满,以允许热膨胀。样品瓶不能使用与合成胶乳中存在的残余单体起化学反应的聚乙烯或其他材料制作的瓶。

应避免胶乳样品从一个容器转移到另一个容器中。当处理和测定试样时,应注意不产生泡沫或引入空气,因为胶乳暴露于空气中,或胶乳上有泡沫都会很快导致结皮。

《合成胶乳总固物含量测定法》(GB 2958—82):适用于合成胶乳中总固物含量的测定。此标准是以国际标准 ISO 124—1974(E)为主要依据,经验证试验,做了适当修改而制定的。

《合成胶乳 pH 值测定法》(GB 2954—82):适用于合成胶乳 pH 值测定。此标准是以国际标准 ISO 976—1977(E)为主要依据,经验证试验,做了适当修改而制定的。

合成胶乳 pH 值是以氢离子浓度的负对数形式表示液体的氢离子浓度。其测定原理如下:

水溶液酸碱度的测量,一般用玻璃电极作为测量电极,甘汞电极作为参考电极,当氢离子(或氢氧离子)浓度发生变化时,玻璃电极和甘汞电极之间的电动势也随着引起变化,并符合如下公式:

$$E = E_0 - 2.3026 \times \frac{RT}{F} \times \text{pH} \quad (\text{T 0664-3})$$

式中:R——气体常数,8.314[J/(K·mol)];

T——绝对温度(273 + T°C);

F——法拉第常数,96 495C/mol;

E_0 ——零电位;

pH——表示被测电溶液 pH 值和内溶液 pH 值的差值($\text{pH}_{\text{外}} - \text{pH}_{\text{内}}$);

E——电极电位。

《合成胶乳黏度测定法》(GB 2956—82):适用于合成胶乳的黏度测定。此标准是以国际标准 ISO 1652—1974(E)为主要依据,经验证试验,做了适当修改而制定的。

合成胶乳的黏度是液体内部摩擦阻碍其相对流动的一种特性,其测定原理是:

用旋转黏度计测定黏度,即测量浸入胶乳中规定深度的特定转子在低切变恒速下旋转所产生的力矩。

本试验方法按照以上国家标准的规定编写,并按公路部门的习惯适当作了修改。

T 0665—2011 乳化沥青与水混合稳定性试验

1 目的与适用范围

本方法适用于中裂和慢裂乳化沥青,不适用于快裂的乳化沥青。

2 器具与材料技术要求

2.1 滤筛:筛孔为 1.18mm。

2.2 量筒:200mL,最小分度 1mL。

2.3 烧杯:400mL。

2.4 秒表。

2.5 天平:感量不大于 0.1g。

2.6 水:蒸馏水或纯净水。

2.7 其他:玻璃棒等。

3 方法与步骤

3.1 准备工作

3.1.1 将烧杯、玻璃棒及 1.18mm 滤筛用溶剂及蒸馏水(或纯净水)擦洗清洁,烘干后备用。

3.1.2 将乳化沥青过 1.18mm 滤筛备用。