

## 条文说明

煤沥青的酚含量是试样的中油馏分与氢氧化钠溶液作用形成水溶性酚钠物质的含量,以体积百分率表示。煤沥青酚含量试验与焦油酸含量试验的不同已在 T 0642 条文说明中叙述。根据需要,也可用中油馏分测定酚含量,故仍保留 1983 年试验方法。

### T 0644—1993 煤沥青萘含量试验(色谱柱法)

#### 1 目的与适用范围

1.1 本方法适用于测定道路煤沥青的萘含量。

1.2 本试验采用色谱柱法通过中油(170 ~ 270℃)及重油(270 ~ 300℃)两种馏分测定煤沥青的萘含量。

#### 2 仪器与材料技术要求

2.1 色谱仪:带有氢火焰离子化鉴定器。仪器的技术条件如下:

- 1) 柱温:190℃(实际温度)。
- 2) 汽化温度:340℃(表温)。
- 3) 检测温度:200℃(表温)。
- 4) 载气:柱前压力 0.19MPa,流量 27mL/min。
- 5) 燃气:氢气,流量 55mL/min。
- 6) 空气:流量 550mL/min。
- 7) 灵敏度:对萘含量为 0.1g/mL 的标样,进样量 0.5mL 时,其萘峰高不低于 100mm。
- 8) 分离度  $R$ :不低于 1.5。

2.2 微量注射器:1 $\mu$ L。

2.3 容量瓶:25mL。

2.4 烧杯。

2.5 分析天平:感量不大于 0.2mg。

2.6 注射器:10mL。

2.7 阿皮松 L。

2.8 6210 红色担体:粒度 0.18 ~ 0.25mm(60 ~ 80 目),在 300℃ 烘箱中烘烤 2h。

2.9 苯、二甲苯:化学纯。

2.10 氮气、氢气:纯度 99.5% 以上。

2.11 压缩空气:经净化。

2.12 其他:红外线灯、真空泵、气体流量计。

### 3 方法与步骤

#### 3.1 准备工作

3.1.1 色谱柱制备:阿皮松 L 与 6201 担体按 10:90 配比。先将称好的固定液阿皮松置于烧杯内,加适量苯溶解后,再缓慢地加入 6201 担体,轻轻搅动使其混合均匀。在红外线灯下干燥,待大部分苯挥发至无苯味时,放入温度为 110 ~ 120℃ 的烘箱中烘 2h。用真空泵抽吸装入内径 3 ~ 4mm 的洗净色谱柱内 2mL,在 180℃ 时老化 6h,然后再升温至 250℃ 时老化 4h。

#### 3.1.2 标样配制

1) 称取 2.5g 纯萘于 25mL 容量瓶中,准确至 0.2mg,注入 20mL 二甲苯溶解。待萘全部溶解后,再注入二甲苯至刻线,摇匀,密闭保存。

2) 线性范围的测定:

(1) 在与试验相同的色谱操作条件下,用 1 $\mu$ L 微量注射器注入 0.2 $\mu$ L、0.4 $\mu$ L、0.6 $\mu$ L、0.8 $\mu$ L、1.0 $\mu$ L 萘标样进行分析,分别量出萘峰高。

(2) 以萘峰高为纵坐标、萘标样进样量为横坐标,绘制关系曲线,找出浓度与萘峰高成直线关系的范围。

(3) 每换一次色谱柱或改变色谱操作条件都要进行一次线性范围的测定。

3.1.3 将煤沥青试样按照本规程 T 0641 蒸馏方法馏出 170 ~ 270℃ 及 270 ~ 300℃ 的馏分。

3.1.4 按本规程 T 0612 测定煤沥青试样的含水量(%),计算出所用沥青试样中的水分含量( $m_w$ )。



### 3.2 试验步骤

3.2.1 将 170~270℃ 及 270~300℃ 的馏分分别注入 25mL 的容量瓶中,并用少量二甲苯分次冲洗锥形瓶,冲洗溶液一并倒入容量瓶中,再将二甲苯注入至刻线,摇匀后静置备用。

3.2.2 估计馏分样品中萘的含量,如在线性范围内,可直接进样;如超过线性范围,则将样品用二甲苯稀释至浓度在所测的线性范围内,并记录稀释倍数  $C$ 。

3.2.3 在同一色谱操作条件下,用 1 $\mu$ L 注射器注入 0.5 $\mu$ L 萘标样,平行两针;再注入样品 0.5 $\mu$ L,平行两针。两针的最大误差以萘峰高计,不得超过 4mm。

注:样品的稀释倍数与进样量,必须控制在线性范围之内。

3.2.4 在色谱图上分别量出标样及样品的萘峰高。

## 4 计算

试样的萘含量按式(T 0644-1)计算。

$$P_n = \frac{25 \times m}{100 - m_w} \times \frac{h_n}{h_0} \times C \times 100 \quad (\text{T 0644-1})$$

式中: $P_n$ ——试样中萘含量(%);

$h_n$ ——两针样品萘峰高的平均值(mm);

$h_0$ ——两针标样萘峰高的平均值(mm);

$m$ ——萘标样浓度(g/mL);

$C$ ——在样品浓度超出线性范围时,样品的稀释倍数,不稀释时  $C=1$ ;

$m_w$ ——试样中水分含量(g)。

## 5 报告

同一试样至少平行试验两次,两次平行试验的结果符合重复性试验允许误差要求时,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,当萘含量小于 3% 时为 0.3%,当萘含量大于或等于 3% 时为 0.6%。

## 条文说明

沥青的萘含量试验是测定试样蒸馏馏分中含有萘的数量。由于萘是挥发性物质,沥青中萘含量多时,将会促使沥青老化,影响路面的耐久性。因此,道路用煤沥青标准中,大都列有萘含量的限值。但

由于测定方法不同,所截取的馏分也有不同。如美国采取 95% 的馏出馏分;我国 1983 年试验规程(沥 114—83)参照前苏联的方法采取中油馏分(170~270℃),由 15℃ 结晶测得;我国原冶金工业部行业标准采取中油(170~270℃)及重油(270~300℃)两种馏分,用色谱柱法测定。为此,本方法按照原冶金工业部行业标准所规定的色谱仪法进行了修改。

原冶金工业部行业标准规定,测定萘含量的器具统一改用色谱仪,使用单位应按此要求添置必要的试验设备。

## T 0645—1993 煤沥青萘含量试验(抽滤法)

### 1 目的与适用范围

本方法适用于采用抽滤法通过中油馏分(170~270℃)测定煤沥青的萘含量。

### 2 仪器与材料技术要求

2.1 抽滤器:用胶皮管连接过滤烧瓶及抽气管或抽气机组成。

2.2 压榨器。

2.3 布氏漏斗:直径 50mm。

2.4 表面皿:直径 50mm。

2.5 滤纸:直径 50mm。

2.6 烧杯:50mL。

2.7 天平:感量不大于 0.01g。

2.8 其他:玻璃棒等。

### 3 方法与步骤

#### 3.1 准备工作

将烧杯及表面皿洗净、烘干并称质量,准确至 0.01g。

#### 3.2 试验步骤

3.2.1 将按本规程 T 0641 煤沥青蒸馏试验方法对蒸馏出来的中油馏分(170 ~