

4 报告

对同一试样至少平行试验两次,两次试验的差值不超过 10°C 时,以平均值为泰格闪点,准确至 1°C 。

5 允许误差

重复性试验的允许误差为 10°C ,再现性试验的允许误差为 15°C 。

条文说明

当液体石油沥青闪点低于 93°C 时,国外均不采用克利夫兰开口杯测定,而采用泰格开口杯。两者的主要不同是泰格杯采用油浴(或水槽)加热,不用明火加热,对含低沸点溶剂的液体石油沥青更加安全。

本方法按 AASHTO T 79 及日本道路协会铺装试验法便览 5-3-1 编写。

T 0641—1993 煤沥青蒸馏试验

1 目的与适用范围

本方法适用于测定煤沥青的馏分含量。蒸馏的馏分用于焦油酸含量及萘含量测定。根据需要可用于测定蒸馏后残留物的软化点等性质。除非特殊需要,海拔为零时各馏分蒸馏的标准切换温度为 170°C 、 270°C 、 300°C 。

2 仪器与材料技术要求

2.1 蒸馏烧瓶:短颈的黏油类蒸馏瓶,容积 250mL,尺寸如图 T 0641-1 所示。

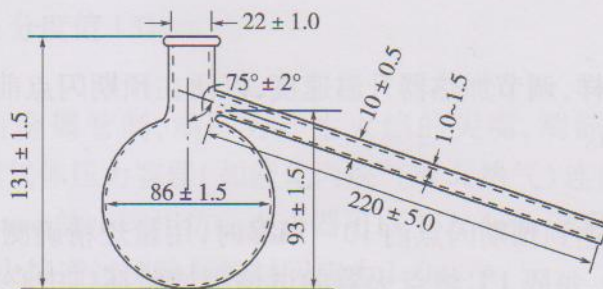


图 T 0641-1 蒸馏烧瓶(尺寸单位:mm)

2.2 保温罩及防护屏:形状和尺寸如图 T 0641-2 所示。

2.3 冷凝管:形状和尺寸如图 T 0641-3 所示。

2.4 可调燃气炉或电炉(附电阻调节器)。

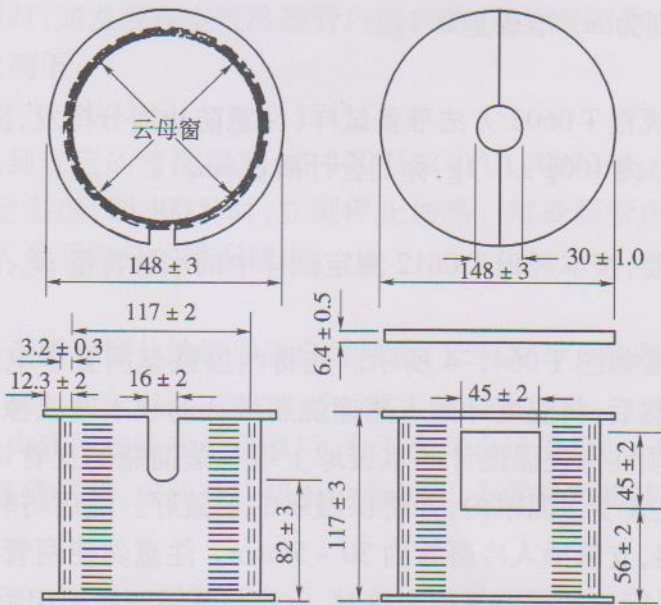


图 T 0641-2 保温罩及防护屏(尺寸单位:mm)

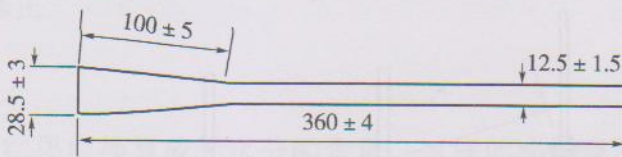


图 T 0641-3 冷凝管(尺寸单位:mm)

2.5 铁架:两个,一个上附有铁环,用以支承蒸馏瓶和保温罩;一个附有铁夹子,用以夹持空气冷凝管。

2.6 锥形瓶:3~4个,50mL。

2.7 温度计:量程0~360℃,分度值1℃。

2.8 天平:感量不大于0.1g及不大于1mg的天平各1个。

2.9 铁丝网。

2.10 其他:烘箱、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、空气冷凝管、锥形瓶洗净、烘干,并称其质量,3个锥形瓶(编号*i*

为 1、2、3) 的质量分别为 m_i , 准确至 0.1g。

3.1.2 按照本规程 T 0602 方法准备试样(注意防止馏分挥发,搅拌均匀),注入已称质量的蒸馏烧瓶(m_4)内 $100\text{g} \pm 0.1\text{g}$,称其合计质量(m_5)。

3.1.3 根据需要,按本规程 T 0612 测定试样中的水分含量 m_w ,准确至 0.1g。

3.1.4 蒸馏装置如图 T 0641-4 所示。先将两层铁丝网置于电炉或燃气炉铁架上,并在其上置保温罩;然后,将温度计插入蒸馏烧瓶带孔的软木塞或橡胶塞中,并将软木塞塞紧蒸馏瓶的瓶口,须注意使温度计的水银球上端与蒸馏瓶的支管口下面齐平。将装妥温度计的蒸馏瓶垂直置于保温罩内,并将保温罩的盖盖好。随后将软木塞及蒸馏瓶支管与空气冷凝管相连接,支管插入冷凝管内 30 ~ 50mm。注意勿使两管壁相接触,并使冷凝管与蒸馏瓶的轴线平行。如用燃气炉加热时,火焰与蒸馏瓶底须相距 5 ~ 7mm。

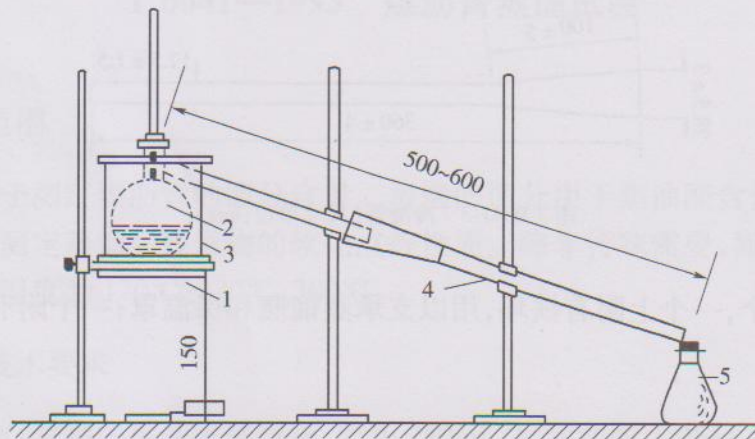


图 T 0641-4 煤沥青蒸馏试验装置(尺寸单位:mm)

1-调节加热器;2-蒸馏烧瓶;3-保温罩;4-冷凝管;5-锥形瓶

3.1.5 蒸馏装置装妥后,在冷凝管的下端放置一已称量的锥形瓶,以接收加热后流出的馏分。

3.2 试验步骤

3.2.1 均匀加热保温罩内已盛有试样的蒸馏瓶,使第一滴蒸馏出的馏分滴入锥形瓶的时间不早于 5min,亦不得迟于 15min。第一滴馏分馏出后 2min 内调节加热,使蒸馏的馏分馏出的速度为 50 ~ 70 滴/min。

3.2.2 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。

3.2.3 在蒸馏时,如发现在空气冷凝管内壁有萘、蒽等凝固物,应立即用微火在管下均匀加热,使其熔化滴下。

3.2.4 每次达到规定的蒸馏温度,如 170℃、270℃、300℃时,立即更换已称质量的锥形瓶。在最后规定温度,即 300℃时,立刻停止加热。对冷凝管内所留存的馏分,微火加热使其熔化后并入最后馏分的锥形瓶中。

3.2.5 称量每个盛有馏分的锥形瓶合计质量,分别为 m'_i ,准确至 1mg。

3.2.6 蒸馏瓶内残留物冷却至室温后,取下称其合计质量(m_6),准确至 0.1g。如蒸馏残留物准备进行其他试验,应使其冷却至少 5min 以上并趁热将残留物倾出至一容器中备用。

3.3 根据需要(如仲裁试验等),试验时的实际切换温度可根据高程或气压按本规程 T 0632 的方法进行修正。

4 计算

4.1 蒸馏试验的结果应换算成无水分的含量。试样的净质量按式(T 0641-1)计算。

$$m = m_5 - m_4 - m_w \quad (\text{T 0641-1})$$

式中: m ——试样的净质量(g);

m_w ——试样中水分含量(g);

m_4 ——蒸馏烧瓶质量(g);

m_5 ——蒸馏烧瓶与试样合计质量(g)。

4.2 各个蒸馏温度的馏分含量按式(T 0641-2)、式(T 0641-3)计算。

170℃前馏分:

$$P_i = \frac{(m'_i - m_i) - m_w}{m} \times 100 \quad (\text{T 0641-2})$$

270℃及 300℃前馏分:

$$P_i = \frac{(m'_i - m_w)}{m} \times 100 \quad (\text{T 0641-3})$$

式中: P_i ——170℃、270℃、300℃各温度前的馏分含量(%);

m_i ——用于各规定馏分的锥形瓶质量(g), $i = 1, 2, 3$;

m'_i ——各规定温度前的馏分质量与相应锥形瓶的合计质量(g), $i = 1, 2, 3$ 。

4.3 蒸馏后残留物的含量按式(T 0641-4)计算。

$$P_r = \frac{m_6 - m_4}{m} \times 100 \quad (\text{T 0641-4})$$

式中: P_r ——蒸馏后残留物含量(%);

m_6 ——蒸馏后蒸馏烧瓶及残留物合计质量(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,170℃前馏分为0.5%,270℃前馏分为1.0%,300℃前馏分为1.5%。

条文说明

本方法是在1983年试验规程(沥112—83)基础上参照原冶金工业部制定的行业标准及ASTM D 20修改制定的。

蒸馏试验所使用的蒸馏烧瓶,及美国ASTM D 20、日本JIS、前苏联ГОСТ、1983年试验规程等均规定使用短颈250mL烧瓶。原冶金工业部行业标准规定采用焦化专用的玻璃仪——黏油类蒸馏瓶(长颈250mL),并认为这两种蒸馏瓶不会影响试验结果。但实际上长颈瓶试验是不行的,所以本试验方法仍规定采用短颈蒸馏瓶。

蒸馏时,馏分切换温度在1983年试验规程中未考虑补正问题,ASTM中仅规定要考虑大气压力补正。原冶金工业部行业标准中,实际切换温度除考虑大气压力补正外,又考虑了温度计补正值及水银柱外露部分的温度校正,但修正方法非常麻烦,实际上做不到。本试验法现按ASTM及AASHTO的方法进行补正。允许误差按照原冶金工业部行业标准进行了修改。

T 0642—1993 煤沥青焦油酸含量试验

1 目的与适用范围

本方法适用于测定道路煤沥青的焦油酸含量。

2 仪器与材料技术要求

2.1 双球测定管:玻璃制,形状和尺寸如图T 0642-1所示。

2.2 铁架:附有铁环,环内径不小于49mm,亦不得大于56mm。

2.3 煤沥青蒸馏试验装置:同本规程T 0641煤沥青蒸馏试验。

2.4 氢氧化钠溶液:浓度18.3%。