

石油沥青脆点测定法 弗拉斯法

1 范围

1.1 本标准适用于测定石油沥青被冷却和弯曲而脆裂的温度。

1.2 本标准适用于道路石油沥青和建筑石油沥青。

注：本标准也适用于改性沥青，但本标准的精密度要求不适用于此类沥青。

1.3 本标准没有规定有关安全方面的问题，如果需要，使用者有责任在使用前制定出适当的人身安全防护措施。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB/T 514 石油产品试验用液体温度计 技术条件

3 方法概要和定义

涂有试样的平直薄钢片在规定条件和连续递减的温度下被弯曲，直至沥青涂层出现裂纹为止。沥青涂层出现裂纹时的温度即为石油沥青的脆点。

4 仪器与材料

4.1 弯曲器

如图 1 和图 2 所示，由两个同心圆管 6 组成，它们由硬质玻璃或陶瓷等绝缘材料制成，在每一圆管的下端牢固地装上钢夹钳 7。位于两夹钳之间的内管部分，留出一狭缝，以便固定在内管内的温度计的水银球露出。同心圆两管上端装置一个带有摇把的机械升降器。转动摇把 1，可以使内管相对于外管上下移动，从而改变两夹钳之间的距离，夹钳之间的最大距离为 $39.9 \text{ mm} \pm 0.1 \text{ mm}$ 。摇把转动 10~12 圈能使两夹钳之间的距离缩短 $3.5 \text{ mm} \pm 0.2 \text{ mm}$ 。

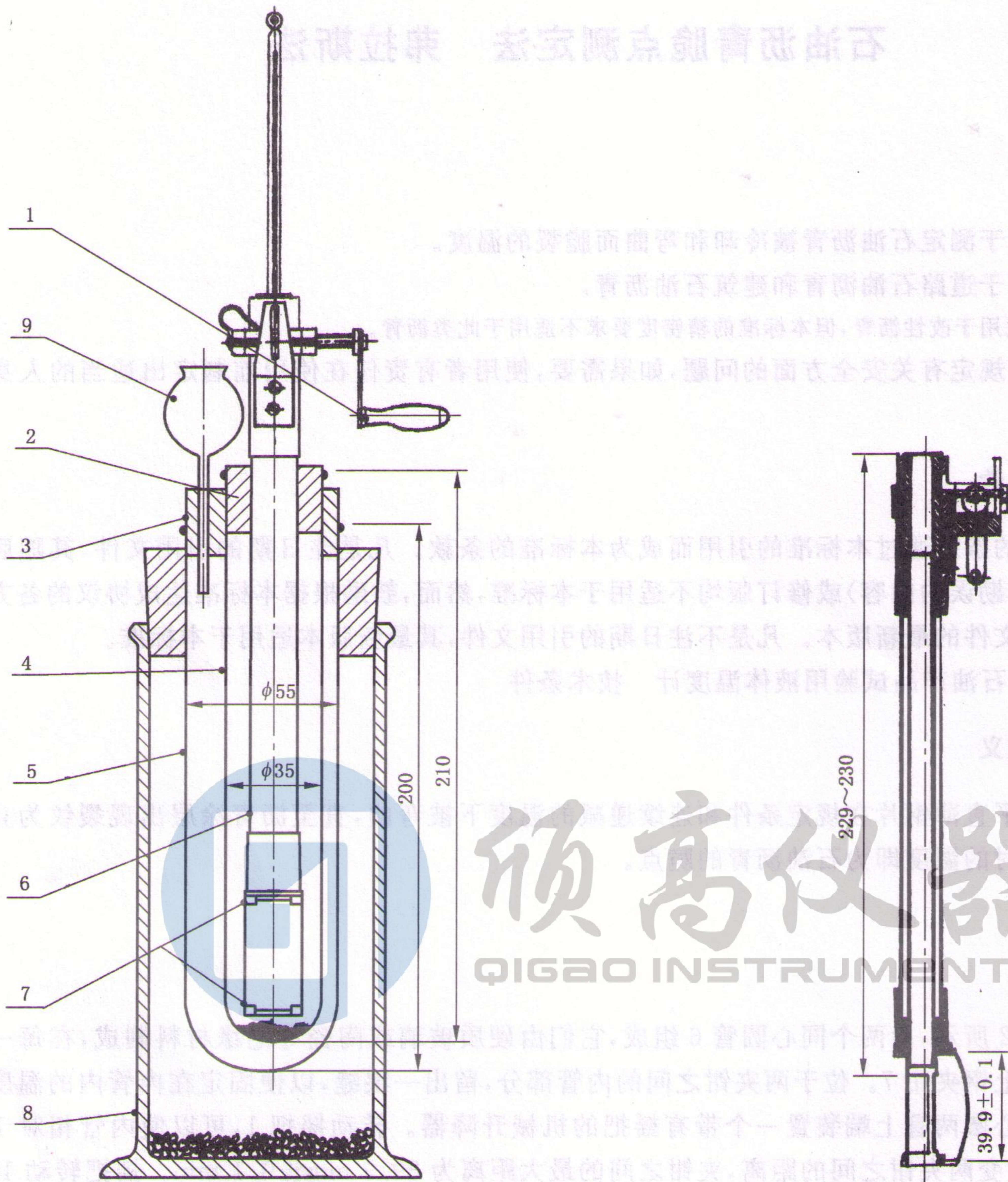
4.2 薄钢片

具有弹性的钢片(材质为 70 号弹簧钢或其他类似型号)，重复弯曲不变形，长 $41 \text{ mm} \pm 0.05 \text{ mm}$ ，宽 $20 \text{ mm} \pm 0.2 \text{ mm}$ ，厚 $0.15 \text{ mm} \pm 0.02 \text{ mm}$ ，不用时必须展平且不能生锈。

4.3 冷却装置

包括一个大试管 4(内径 35 mm，长 210 mm)，该试管借助于橡皮塞 3 偏轴地被固定在另一个较大的试管 5(内径 55 mm，长 200 mm)内，橡皮塞 3 上带有一个小漏斗 9。大试管 5 用橡皮塞或软木塞固定在外圆柱玻璃筒 8 上。试管 4 和圆柱筒 8 内盛有少量的氯化钙或硅胶，弯曲器用橡皮塞 2 固定在试管 4 内。试管 5 和圆柱筒 8 可以用一个尺寸合适的未镀银的真空瓶代替。

单位为毫米



- 1——摇把；
- 2,3——橡皮塞；
- 4,5——试管；
- 6——玻璃管；
- 7——夹钳；
- 8——圆柱玻璃筒；
- 9——漏斗。

内管:内径 7.5,外径 11.5,长 190~195;
外管:内径 12.5,外径 16.5,长 170~175。

图 1

图 2

4.4 温度计

测定范围不小于 $-38^{\circ}\text{C} \sim 30^{\circ}\text{C}$,符合 GB/T 514。

4.5 加热器

由热源、加热板及台架组成。将长 160 mm,宽 80 mm,厚 3 mm 的平金属加热板,放在备有水平螺丝的台架上,加热板的下面备有可调节温度的热源。

4.6 天平

最小分度值为 0.01 g。

4.7 瓷皿或金属皿。

4.8 筛

筛孔为 0.3 mm~0.6 mm 的金属网。

4.9 干冰或其他冷却剂。

4.10 工业乙醇或丙酮。

5 样品处理

处理样品时,最重要的一点是不要使试样过热。除非特殊情况,试样只能加热一次。试样的制备应遵循以下原则:样品在试样制备过程中不发生老化分解等性质变化,以免影响试验结果;试样应充分流动,以保证试样中气泡最少。

样品加热时,应选择适当的加热温度。对于道路石油沥青和软化点低于 80℃ 的建筑石油沥青,加热温度应高于估计软化点的 80℃~90℃;对于软化点高于 80℃ 的建筑石油沥青,如不能精确确定加热温度,应加热到试样中无气泡的最低温度,任何情况下试样的加热温度都不得超过其软化点的 120℃。加热时间以样品充分流动为宜,加热过程中不断搅拌样品,避免局部过热。当试样中含水时,不断搅拌直到除去水分。当样品中含杂质时,用筛过滤。

6 试验步骤

6.1 清洁足够的薄钢片,再将薄钢片干燥后进行称量,不能使用弯曲和锈蚀的薄钢片。

6.2 在清洁的、已知质量的薄钢片上,称取 $0.40\text{ g} \pm 0.01\text{ g}$ 的试样。将薄钢片放在加热板上慢慢加热,当试样刚刚流动时,用镊子夹住加热板前后左右摆动,直至薄钢片上完全涂上试样;对高软化点的试样或使用固定加热板时,可用干净的细针展开或用玻璃纸隔开按压等方式使薄钢片上完全涂上试样,并去除气泡,薄钢片在加热板上加热,最终获得光滑膜片,加热时间不宜过长;如果仪器附有特殊的压片设备时,可将压制好的试样片贴在薄钢片上,并加微热,使之与薄钢片很好地粘结起来。

将制备好的膜片冷却至室温后重新进行称量,试样质量与要求应相符,否则此膜片不准使用。

6.3 至少准备 3 张光滑、均匀无裂痕的膜片,在室温下静置 1 h~4 h,并且保护膜片不沾染灰尘。

6.4 在试管 5 中注入工业乙醇或丙酮,注入量约为试管空间的一半。稍稍弯曲膜片将它放在弯曲器两夹钳之间,并将弯曲器装在试管 4 中。

6.5 通过漏斗将干冰加到工业乙醇或丙酮中,控制加入速度,使温度每分钟下降 1℃。当温度达到预计脆点以上至少 10℃ 时,开始以每秒钟 1 转的速度转动摇把,直至夹钳距离缩短 $3.5\text{ mm} \pm 0.2\text{ mm}$ 为止。同时观察膜片上试样有无裂缝,然后以相同的速度转回。如此操作使膜片每分钟弯曲一次。

6.6 当膜片弯曲时,出现一条或多条裂缝时的温度即为试样的脆点。

6.7 试样至少进行三次重复测定,每次测定都必须使工业乙醇或丙酮温度回升到试验初始温度。

7 计算和报告

试样三次测定结果的最大值和最小值的差数应在 3℃ 以内,计算三次测定结果的算术平均值,取至整数报告试样的脆点。

8 精密度(95%置信度)

8.1 重复性

同一操作者两次试验结果之差不超过 2℃。

8.2 再现性

暂不规定。