



中华人民共和国国家标准

GB/T 4507—1999

沥青软化点测定法(环球法)

Standard test method for softening point
of bitumen (ring-and-ball apparatus)

受控技术文件			
单位	试验室	日期	
编号	F-21A	有效期	

1999-08-10 发布

2000-06-01 实施

国家质量技术监督局 发布

中华人民共和国
国家标准
沥青软化点测定法(环球法)
GB/T 4507—1999

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045
电话:68522112

无锡富瓷快速印务有限公司印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售
版权专有 不得翻印

开本 880×1230 1/16 印张 1/2 字数 9 千字
2000年4月第一版 2000年4月第一次印刷
印数 1—1 500

书号: 155066·1-16618 定价 6.00 元

标目 404—10

前 言

本标准等效采用美国材料与试验协会标准 ASTM D36—1995《沥青软化点测定法》。

本标准与 ASTM D36—1995 的主要差异如下：

实验材料不同：ASTM D36—1995 中所采用的加热介质有蒸馏水、甘油和乙二醇，而本标准只规定采用蒸馏水和甘油。因为蒸馏水作介质测定软化点范围在 30~80℃，甘油作介质测定软化点范围在 80~157℃，而乙二醇作介质测定软化点范围在 30~110℃，并且人体与乙二醇接触或吸入其蒸气，对人体有害。鉴于环保问题，本标准不采用乙二醇做加热介质。

本标准与 GB/T 4507—1984 的主要差异如下：

1. 适用范围不同：GB/T 4507—1984 只适用于石油沥青；本标准不仅适用于石油沥青，还适用于煤焦油沥青，方法名称由《石油沥青软化点测定法》也改为《沥青软化点测定法》。

2. 实验条件不同：GB/T 4507—1984 中环的下边缘距下支撑板的距离为 25.4 mm；本标准中环的下边缘距下支撑板的距离为 25 mm。

3. 误差要求不同：GB/T 4507—1984 中，重复性和再现性的规定如下：

	软化点,℃	允许差数,℃
	<80	1
重复性:	80~100	2
	100~140	3

再现性：同一试样由两个实验室各自提供的试验结果之差不应超过 5.5℃。

本标准中对重复性和再现性有如下规定：

重复性：同一操作者，对同一样品重复测定两个结果之差不大于 1.2℃。

再现性：同一试样，两个实验室各自提供的试验结果之差不超过 2.0℃。

本标准自实施之日起代替 GB/T 4507—1984。

本标准由中国石油化工集团公司提出。

本标准由石油大学(华东)重质油研究所归口。

本标准起草单位：石油大学(华东)重质油研究所。

本标准主要起草人：王翠红、张玉贞。

中华人民共和国国家标准

GB/T 4507—1999

沥青软化点测定法(环球法)

代替 GB/T 4507—1984

Standard test method for softening point
of bitumen (ring-and-ball apparatus)

1 范围

- 1.1 本标准规定用环球法测定沥青软化点的方法。沥青的软化点是试样在测定条件下,因受热而下坠达 25 mm 时的温度,以℃表示。
- 1.2 本标准方法适用于环球法测定软化点范围在 30~157℃的石油沥青和煤焦油沥青试样,对于软化点在 30~80℃范围内用蒸馏水做加热介质,软化点在 80~157℃范围内用甘油做加热介质。
- 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 引用标准

下列标准包括的条文,通过引用而构成本标准的一部分。除非在标准中另有明确规定,下述引用标准都应是现行有效标准。

GB/T 514 石油产品试验用液体温度计技术条件

GB/T 11147 石油沥青取样法

3 方法概要

- 3.1 置于肩或锥状黄铜环中两块水平沥青圆片,在加热介质中以一定速度加热,每块沥青片上置有一只钢球。所报告的软化点为当试样软化到使两个放在沥青上的钢球下落 25 mm 距离时的温度的平均值。

4 意义和应用

- 4.1 沥青是没有严格熔点的粘性物质。随着温度升高,它们逐渐变软,粘度降低。因此软化点必须严格按照试验方法来测定,才能使结果重复。
- 4.2 软化点用于沥青分类,是沥青产品标准中的重要技术指标。

5 仪器与材料

5.1 仪器

- 5.1.1 环:两只黄铜肩或锥环,其尺寸规格见图 1(a)。
- 5.1.2 支撑板:扁平光滑的黄铜板,其尺寸约为 50 mm×75 mm。
- 5.1.3 球:两只直径为 9.5 mm 的钢球,每只质量为 3.50 g±0.05 g。
- 5.1.4 钢球定位器:两只钢球定位器用于使钢球定位于试样中央,其一般形状和尺寸见图 1(b)。
- 5.1.5 浴槽:可以加热的玻璃容器,其内径不小于 85 mm,离加热底部的深度不小于 120 mm。
- 5.1.6 环支撑架和支架:一只铜支撑架用于支撑两个水平位置的环,其形状和尺寸见图 1(c),其安装

图形见图 1(d)。支撑架上的肩环的底部距离下支撑板的上表面为 25 mm,下支撑板的下表面距离浴槽底部为 16 mm±3 mm。

5.1.7 温度计

5.1.7.1 应符合 GB/T 514 中沥青软化点专用温度计的规格技术要求,即测温范围在 30~180℃,最小分度值为 0.5℃的全浸式温度计。

5.1.7.2 合适的温度计应按图 1(d)悬于支架上,使得水银球底部与环底部水平,其距离在 13 mm 以内,但不要接触环或支撑架,不允许使用其他温度计代替。

5.2 材料

5.2.1 加热介质

5.2.1.1 新煮沸过的蒸馏水。

5.2.1.2 甘油。

5.2.2 隔离剂:以重量计,两份甘油和一份滑石粉调制而成。

5.2.3 刀:切沥青用。

5.2.4 筛:筛孔为 0.3~0.5 mm 的金属网。

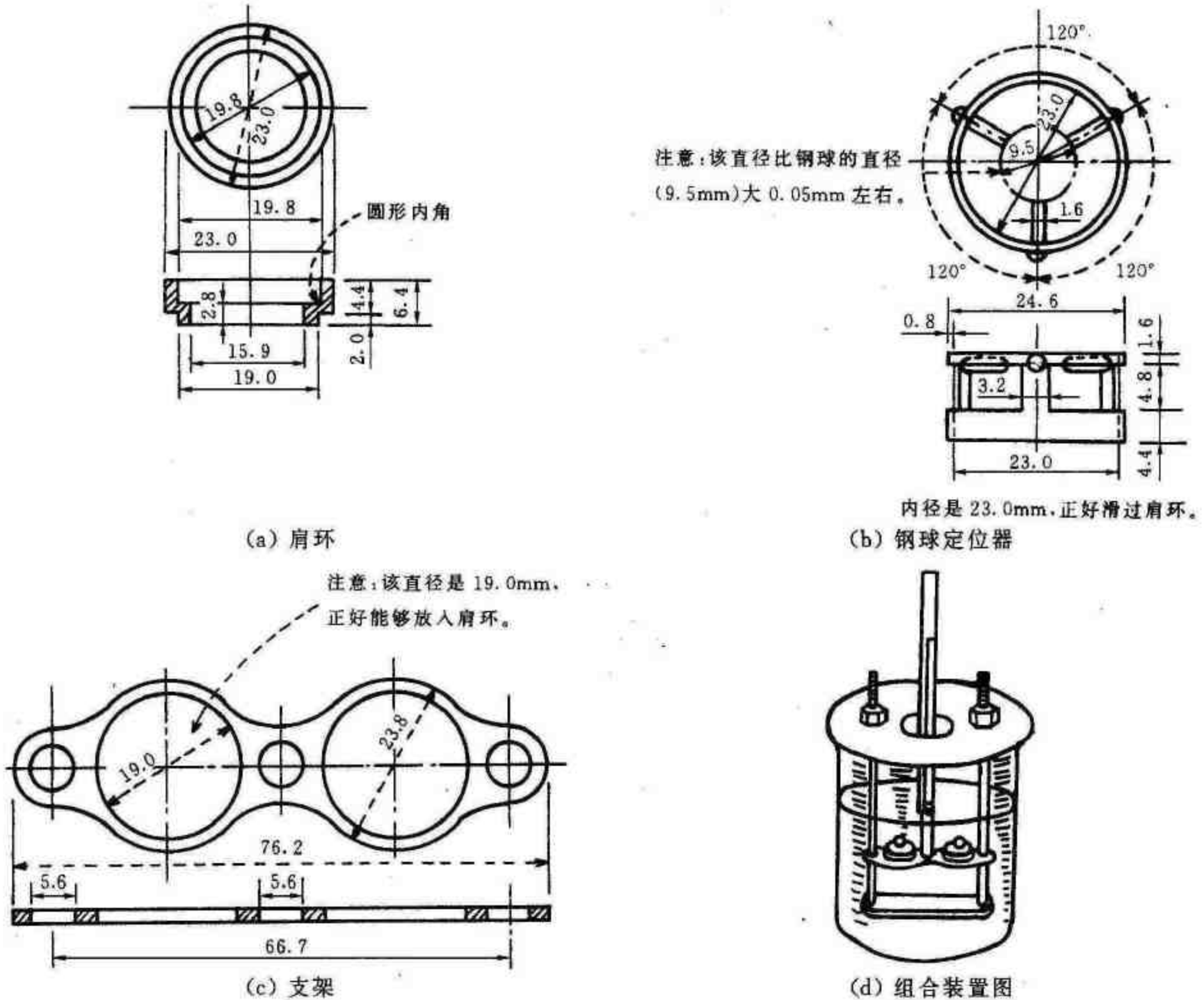


图 1 环、钢球定位器、支架、组合装置图

6 取样

6.1 按 GB/T 11147 取得有代表性的样品。

7 准备工作

7.1 所有石油沥青试样的准备和测试必须在 6 h 内完成,煤焦油沥青必须在 4.5 h 内完成。小心加热试样,并不断搅拌以防止局部过热,直到样品变得流动。小心搅拌以免气泡进入样品中。

7.1.1 石油沥青样品加热至倾倒温度的时间不超过 2 h,其加热温度不超过预计沥青软化点 110°C 。

7.1.2 煤焦油沥青样品加热至倾倒温度的时间不超过 30 min,其加热温度不超过煤焦油沥青预计软化点 55°C 。

7.1.3 如果重复试验,不能重新加热样品,应在干净的容器中用新鲜样品制备试样。

7.2 若估计软化点在 120°C 以上,应将黄铜环与支撑板预热至 $80\sim 100^{\circ}\text{C}$,然后将铜环放到涂有隔离剂的支撑板上。否则会出现沥青试样从铜环中完全脱落。

7.3 向每个环中倒入略过量的沥青试样,让试件在室温下至少冷却 30 min。对于在室温下较软的样品,应将试件在低于预计软化点 10°C 以上的环境中冷却 30 min。从开始倒试样时起至完成试验的时间不得超过 240 min。

7.4 当试样冷却后,用稍加热的小刀或刮刀干净地刮去多余的沥青,使得每一个圆片饱满且和环的顶部齐平。

8 试验步骤

8.1 选择下列一种加热介质。

8.1.1 新煮沸过的蒸馏水适于软化点为 $30\sim 80^{\circ}\text{C}$ 的沥青,起始加热介质温度应为 $5^{\circ}\text{C}\pm 1^{\circ}\text{C}$ 。

8.1.2 甘油适于软化点为 $80\sim 157^{\circ}\text{C}$ 的沥青,起始加热介质的温度应为 $30^{\circ}\text{C}\pm 1^{\circ}\text{C}$ 。

8.1.3 为了进行比较,所有软化点低于 80°C 的沥青应在水浴中测定,而高于 80°C 的在甘油浴中测定。

8.2 把仪器放在通风橱内并配置两个样品环、钢球定位器,并将温度计插入合适的位置,浴槽装满加热介质,并使各仪器处于适当位置。用镊子将钢球置于浴槽底部,使其同支架的其他部位达到相同的起始温度。

8.3 如果有必要,将浴槽置于冰水中,或小心加热并维持适当的起始浴温达 15 min,并使仪器处于适当位置,注意不要玷污浴液。

8.4 再次用镊子从浴槽底部将钢球夹住并置于定位器中。

8.5 从浴槽底部加热使温度以恒定的速率 $5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 上升。为防止通风的影响有必要时可用保护装置。试验期间不能取加热速率的平均值,但在 3 min 后,升温速度应达到 $5^{\circ}\text{C}/\text{min}\pm 0.5^{\circ}\text{C}/\text{min}$,若温度上升速率超过此限定范围,则此次试验失败。

8.6 当两个试环的球刚触及下支撑板时,分别记录温度计所显示的温度。无需对温度计的浸没部分进行校正。取两个温度的平均值作为沥青的软化点。如果两个温度的差值超过 1°C ,则重新试验。

9 计算

9.1 因为软化点的测定是条件性的试验方法,对于给定的沥青试样,当软化点略高于 80°C 时,水浴中测定的软化点低于甘油浴中测定的软化点。

9.2 软化点高于 80°C 时,从水浴变成甘油浴时的变化是不连续的。在甘油浴中所报告的最低可能沥青软化点为 84.5°C ,而煤焦油沥青的最低可能软化点为 82°C 。当甘油浴中软化点低于这些值时,应转变为水浴中的软化点,并在报告中注明。

9.2.1 将甘油浴软化点转化为水浴软化点时,石油沥青的校正值为 -4.5°C ,对煤焦油沥青的为 -2.0°C 。采用此校正只能粗略地表示出软化点的高低,欲得到准确的软化点应在水浴中重复试验。

9.2.2 无论在任何情况下,如果甘油浴中所测得的石油沥青软化点的平均值为 80.0°C 或更低,煤焦油沥青软化点的平均值为 77.5°C 或更低,则应在水浴中重复试验。

9.3 将水浴中略高于 80℃ 的软化点转化成甘油浴中的软化点时,石油沥青的校正值为 +4.5℃,煤焦油沥青的校正值为 +2.0℃。采用此校正只能粗略地表示出软化点的高低,欲得到准确的软化点应在甘油浴中重复试验。

9.3.1 在任何情况下,如果水浴中两次测定温度的平均值为 85.0℃ 或更高,则应在甘油浴中重复试验。

10 精密度(95%置信度)

10.1 重复性

重复测定两次结果的差数不得大于 1.2℃。

10.2 再现性

同一试样由两个实验室各自提供的试验结果之差不应超过 2.0℃。

11 报告

11.1 取两个结果的平均值作为报告值。

11.2 报告试验结果时同时报告浴槽中所使用加热介质的种类。

版权专有 不得翻印

*

书号:155066·1-16618

定价: 6.00 元

*

标目 404—10