

自动法测定沥青软化点

祝敏敏

中国石化塔河炼化质量计量检验中心
DOI: 10.12238/jpm.v5i11.7396

[摘要] 全自动软化点测定仪,是采用全电脑控制,具有温度加热线性,溶液搅拌均匀,具有测试快捷方便的特点。通过对馏出口基质沥青、道路沥青、重交沥青试验分析,自动软化点测定石油沥青软化点在准确性和重复性均符合标准要求,相对误差小于0.5%。全自动软化点测定仪测定操作简单,操作者只需要基本的技能,就可以完成分析,得到完全一致的分析结果,适用于中控及抽查分析。此方法能快速准确的将数据反馈装置,满足中间产品及时调整的需求,对指导沥青装置生产过程中的产品质量控制有着重要意义。

[关键词] 自动; 沥青; 软化点

Measurement of asphalt softening point by automatic method

Zhu Minmin

Sinopec Tahe Refining and Chemical Quality Measurement and Inspection Center

[Abstract] automatic softening point tester, is the full computer control, with temperature heating linear, solution stirred evenly, has the characteristics of fast and convenient test. Through the test analysis of the distillation outlet matrix asphalt, road asphalt and heavy cross asphalt, the accuracy and repeatability of the automatic softening point meet the standard requirements, and the relative error is less than 0.5%. The measurement operation of automatic softening point instrument is simple, and the operator only needs basic skills to complete the analysis and get completely consistent analysis results, which is suitable for central control and spot check analysis. This method can quickly and accurately feedback the data device to meet the needs of timely adjustment of intermediate products, which is of great significance to guide the product quality control in the production process of asphalt plant.

[Key words] automatic asphalt softening point

1. 前言

软化点是衡量沥青耐热性能的指标,也是间接反映沥青的使用温度范围,沥青在受热情况下,随着温度的升高,逐渐变软,黏度变小。软化点低说明沥青对温度的敏感性大,延性和黏结性较好,但易变形。在规定的实验条件下,沥青达到特定软化程度时的温度称为软化点。目前馏出口测定沥青软化点采用的是ASTM D36 EN1427《沥青软化点测定法》,此方法用于分析中间产品软化点测定,分析过程简单,具有准确性高、重复性好、分析速度快、安全环保等优点,对指导沥青装置的生产具有重要意义。

我厂现有40万吨/年及50万吨/年两套生产沥青的装置,处理量97t/h,生产的石油沥青占到全部产品的8.14%,牌号多分析频次高,从采样环节、制样完成、再进行分析样品耗时较长,且不易控制升温速度,对指导中间产品的质量控制在往往存在滞后现象。如果不能及时将数据反馈装置,进行操作调整,

就会造成不合格沥青进入成品大罐,影响产品质量,自动法测定快速准确的完成软化点检测分析,一旦装置出现异常波动时,能及时准确将结果报出。通过自治区送检的标准样品和仪器进行数据比对分析,仪器准确度和重复性均满足方法标准的要求;用馏出口基质沥青和重交沥青分析精密度,实验数据表明全自动环球法软化点测定仪符合分析方法要求,此仪器体现了诸多优点:自动化程度高、分析结果重复性好、操作简单,可以及时准确的指导装置的生产。

2 实验部分

2.1 全自动环球法测定工作原理

这种测试通常由两个水平样品材料盘,浇注在肩型铜环内,在每个浇注于肩环的样品上放置一个钢球,在一个液体浴中以一定的速率加热。软化点定义为两个样品软化到每个球(包裹沥青)下落的距离达25.4mm时平均温度。

2.2 仪器操作条件

表1 自动软化点仪器操作条件

项目	配置
全自动环球法测定仪	智能一键飞梭操作系统
温度探测器是一个镀金接触四线 PT100	温度范围达(0~176)℃
加热器	红外辐射器
搅拌器	磁力搅拌器
测试架	机械测试架 10-0840
烧杯	烧杯带有特殊线条印记
钢珠	3.50±0.05g

2.3 测定步骤

2.3.1 将环架在支撑盘上，将球环罩上把球放在球罩内，将盛有试样的恒温 5℃的水浴放至测定器上，拧上环架螺丝。

2.3.2 按启动键，开始试验，时间显示窗开始显示试验时间，温度显示窗显示烧杯里的真实温度。

2.3.3 测试结束，自动记录“1st ball detection”和

“2nd ball detection”的结果。

2.3.4 等待实验结束，温度冷却下来，可进行下个实验。

2.4 自动测定软化点升温速率校验

对自动仪器升温速率的鉴定，将每分钟检测温度记录下来，其中，自动法软化点测定仪的感温温度记录在“仪器显示”中，使用温度计测得温度显示比对见表 2。

表 2 自动测定软化点升温速率检测

名称	时间	仪器显示 (℃)	温度计显示 (℃)	温度相差 (℃)
基质沥青	0分	15.1	15.0	0.1
	1分	20.0	20.0	0.0
	2分	25.2	25.0	0.2
	3分	30.0	30.2	0.2
	4分	34.8	34.8	0.0
	5分	40.0	40.0	0.0
	6分	44.7	45.0	-0.3
	7分	50.0	50.0	0.0
	8分	54.7	55.0	-0.3
	9分	60.0	59.8	-0.2
	10分	65.0	65.0	0.0

软化点测定标准中要求升温速度必须控制在 (5±0.5)℃/min 的速度内。由表三的结果可得，自动测定仪和手动温度检测均满足要求，且两者差距控制在 0.5℃以内。

2.5 仪器准确性考察

标准参比样品与全自动软化点进行比对分析，将试样加热

到不高于软化点 110℃，将试样注入黄铜环内至略高出环面为止。室温放置 30min 后放入 (5±0.5)℃水浴中恒温 15min，按照仪器分析步骤进行分析，同时考察仪器的准确性，按照不同软化点的副标样值，用自动软化点仪分别做 5 次分析进行验证，数据见表 3。

表 3 标参样品与仪器比对分析结果

标样值℃	测定次数℃					平均值℃	相对误差%
	1	2	3	4	5		
35.2	35.1	35.4	35.5	35.1	35.3	35.3	0.23
48.0	48.4	48.2	48.0	48.5	48.2	48.2	0.42
50.0	50.4	50.1	50.0	50.4	50.3	50.2	0.40
55.0	55.2	55.3	55.0	54.9	55.4	55.1	0.18
60.0	60.5	60.2	60.3	59.9	59.8	60.1	0.17
62.0	61.7	62.4	62.5	62.1	62.3	62.2	0.32
64.0	64.5	64.0	64.1	63.9	64.2	64.1	0.16

从表 3 数据可以看出，分析仪测定的软化点结果和标样值一致，最大相对误差<0.5%此仪器准确性高，可用于沥青软化点的测定。

2.5.1 全自动软化点精密考察

2.5.1.1 全自动软化点重复性考察

对馏出口 90#A 级沥青、60#道路沥青、大罐抽查 70#A 级样品为例，按“2.3”测定步骤，对 3 种沥青样品进行全自动软化点分析，分析数表 4、表 5、表 6。

表 4 90#A 级沥青全自动软化点重复性考察

名称	测定次数 ℃					极差℃
	1	2	3	4	5	
样品 1	48.4	48.2	48.0	48.5	48.2	0.5
样品 2	49.4	49.1	49.0	49.6	49.3	0.6
样品 3	50.2	50.3	49.9	50.0	50.1	0.4
样品 4	49.8	50.2	50.3	49.9	49.8	0.5
样品 6	48.7	49.2	49.3	49.0	49.2	0.6
样品 7	49.5	49.3	49.4	49.6	49.2	0.4

表5 60°道路沥青全自动软化点重复性考察

名称	测定次数 °C					极差°C
	1	2	3	4	5	
样品 1	59.3.	59.0	59.2	59.4	58.9	0.5
样品 2	57.0.	57.4	57.1	57.5	57.4	0.5
样品 3	57.5.	57.8	57.3	57.6	57.6	0.5
样品 4	58.0	58.4	58.2	58.3	58.1	0.4
样品 5	58.8	58.5	58.3	58.2	58.4	0.6
样品 6	57.2	56.9	57.0	57.4	57.1	0.5

表6 大罐抽查 70°A 级沥青全自动软化点重复性考察

名称	测定次数 °C					极差°C
	1	2	3	4	5	
75°罐	51.0	51.2	50.9	51.5	51.1.	0.6
74°罐	52.2	52.5	52.1	52.6	52.4	0.5
1°罐	50.1	50.0	49.8	50.2	50.1	0.4
2°罐	51.8	51.6	51.5	51.7	51.6	0.3
3°罐	50.5	50.6	50.3	50.8	50.5	0.5
73°罐	51.4	51.3	51.0	51.5	51.6	0.6

从表 4、表 5、表 6 的数据可以看出, 自动软化点测定仪测定不同牌号沥青重复性考察, 最大值与最小值均小于标准要求, 均能达到标准规定中的, 要求。符合方法标准的要求。

2.5.1.2 全自动软化点再现性考察

自治区样品和我单位样品分别对 4 种沥青进行再现性分析, 每种样品分别测定 5 次样品, 结果见表 7。

表7 全自动软化点再现性考察

名称	本单位测定次数					平均值	自治区测定结果	极差°C
	1	2	3	4	5			
基质沥青	62.8	63.0	63.2	62.9	63.5	63.1	64.0	0.9
60#沥青	54.2	54.6	54.8	54.5	54.1	54.4	53.6	0.8
70°A 沥青	50.2	49.9	50.1	50.4	50.5	50.2	49.8	0.7
90°A 沥青	49.8	49.7	49.5	49.9	48.8	49.5	50.5	0.7

通过与自治区 4 种沥青样品比对数据可以看出, 用全自动软化点分析的数据极差值 <2.0 再现性符合标准中的要求。

3 自动法测定软化点注意事项

3.1 要定期对仪器的铜环、钢球质量及支撑架上肩环至下支撑板的距离进行检定。

3.2 定期对仪器的升温速率和温度控制及显示部分进行检定。

3.3 试样在制样前的加热温度不超过软化点的 110°C , 不应剧烈搅拌试样, 应防止局部过热及进入气泡, 加热时间不超过 30min。

3.4 严禁将水渗入仪器内部。清洗烧杯过程中, 请不要用溶剂清洗条形码处。

3.5 仪器使用与存放必须小心轻放, 以免损坏玻璃制品及温度传感器。

3.6 每次试验完毕, 必须将仪器擦拭干净, 切断仪器电源。

4. 结束语

4.1 用自动法代替手动法做沥青软化点, 试验证明, 相对误差在 0.5%以内, 准确度高; 重复性好, 符合 GB/T4507 沥青软化点的要求, 说明本方法可行。

4.2 用自动法代替手动法做沥青软化点, 减少了人为造成的过失误差, 提高了分析数据的准确度。

4.3 用自动法测定沥青软化点, 操作方法简单, 采用全电脑控制, 无需手动控温, 自动化程度高, 降低了分析人员的劳动强度。测定结果准确可靠, 对化验室人员岗位的调整优化起到积极作用, 可以有更多精力投入到其他工作中。

4.4 经过对比试验考察, 用自动方法分析, 时间短, 准确度和重复性均满足标准要求, 在实际工作中此方法已经应用于中控生产分析, 并取得良好效果, 最重要的一点是能准确有效的将数据反馈装置, 能满足装置在尽可能短的时间里调控的需要, 可以推广使用。

[参考文献]

[1]尹宪文. 沥青的针入度和软化点测定[J]. 中国科技投资. 2013, (25)

[2]何立民主编. 单片机应用文集 [M]. 北京航空航天大学出版社, 1991.

[3]付家才主编. 单片机控制工程实践技术 [M]. 化学工业出版社, 2004.

[4]舒歌平主编. 煤炭液化技术 [M]. 煤炭工业出版社, 2003.