

ICS 75.140
E 43



中华人民共和国国家标准

GB/T 4509—1998

沥青针入度测定法

Bitumen—Determination of penetration

1998-08-20 发布

1999-02-01 实施

国家质量技术监督局 发布

前 言

本标准等效采用美国 ASTM D5—95《沥青针入度测定法》。

本标准适用于测定针入度小于 350 的固体和半固体沥青材料的针入度,也适用于测定针入度在 350~500 的沥青材料的针入度。根据 ASTM D5—95 对 GB/T 4509—84 主要修订如下:

1. 适用范围更宽,增加针入度 350~500 的沥青针入度,并对焦油沥青的试验条件作了规定。

2. 样品的恒温方法,应将样品在水浴中恒温时把样品皿和平底玻璃皿一起放入恒温水浴中。

3. 同时取样,在制备样品时一次取两个样品皿,一个用于测试,另一个备用。

4. 加热温度和时间,石油沥青加热温度不超过软化点的 90℃,加热时间不超过 30 min,焦油沥青加热温度不超过软化点 60℃,加热时间不超过 30 min。

本标准自实施之日起,代替 GB/T 4509—84。

本标准由中国石油化工总公司提出。

本标准由石油大学(华东)重质油研究所技术归口。

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:张玉贞、王翠红、贾生盛。

沥青针入度测定法

代替 GB/T 4509—84

Bitumen—Determination of penetration

1 范围

本标准适用于测定针入度小于 350 的固体和半固体沥青材料的针入度。

本标准也适用于测定针入度为 350—500 的沥青材料的针入度。对于这样的沥青,需采用深度为 60 mm,装样量不超过 125 mL 的盛样皿测定针入度或采用 50 g 载荷下测定的针入度乘以 2 的二次方根得到。

2 引用标准

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

GB/T 4507 石油沥青软化点测定法

3 定义

本标准采用下列定义。

针入度 Penetration

在规定条件下,标准针垂直穿入沥青试样中的深度,以 1/10 mm 表示。

4 意义和用途

沥青针入度用于说明沥青的粘稠程度。沥青的针入度越大,说明沥青粘稠度越小,沥青就越软。

5 方法概要

沥青的针入度以标准针在一定的载荷、时间及温度条件下垂直穿入沥青试样的深度表示,单位为 1/10 mm。除非另行规定,标准针、针连杆与附加砝码的总重量为 (100 ± 0.05) g,温度为 (25 ± 0.1) °C,时间为 5 s。特定试验可采用的其他条件如下:

温度, °C	载荷, g	时间, s
0	200	60
4	200	60
46	50	5

特定试验,报告中应注明试验条件。

6 仪器

6.1 针入度仪

能使针连杆在无明显摩擦下垂直运动,并能指示穿入深度精确到 0.1 mm 的仪器均可使用。针连杆

重量为 (47.5 ± 0.05) g。针和针连杆的总重量为 (50 ± 0.05) g,另外仪器附有 (50 ± 0.05) g和 (100 ± 0.05) g的砝码各一个,可以组成 (100 ± 0.05) g和 (200 ± 0.05) g的载荷以满足试验所需的载荷条件。仪器设有放置平底玻璃皿的平台,并有可调水平的机构,针连杆应与平台垂直。仪器设有针连杆制动按钮,紧压按钮针连杆可以自由下落。针连杆要易于拆卸,以便定期检查其重量。

6.2 标准针

6.2.1 标准针应由硬化回火的不锈钢制造,钢号为440-C或等同的材料,洛氏硬度为54~60(见图1)。针长约50 mm,直径为1.00~1.02 mm。针的一端必须磨成 $8.7^\circ \sim 9.7^\circ$ 的锥形。锥形必须与针体同轴。圆锥表面和针体表面交界线的轴向最大偏差不得大于0.2 mm,切平的圆锥端直径应在0.14~0.16 mm之间,与针轴所成角度不超过 2° 。切平的圆锥面的周边应锋利没有毛刺。圆锥表面粗糙度的算术平均值应为 $0.2 \sim 0.3 \mu\text{m}$,针应装在一个黄铜或不锈钢的金属箍中,针露在外面的长度应在40~45 mm。金属箍的直径为 (3.20 ± 0.05) mm,长度为 (38 ± 1) mm,针应牢固地装在箍里。针尖及针的任何其余部分均不得偏离箍轴1 mm以上。针箍及其附件总重为 (2.50 ± 0.05) g。每个针箍上打印单独的标志号码。

6.2.2 为了保证试验用针的统一性,国家计量部门对针的检验结果必须满足6.2.1的要求,对每一根针应附有国家计量部门的检验单。

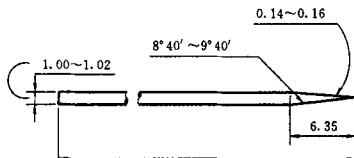


图1 沥青针入度试验用针

6.3 试样皿

金属或玻璃的圆柱型平底皿,尺寸如下:

	直径,mm	深度,mm
针入度小于200时	55	35
针入度200~350时	55	70
针入度350~500时	50	60

6.4 恒温水浴

容量不少于10 L,能保持温度在试验温度下控制在 0.1°C 范围内。距水底部50 mm处有一个带孔的支架。这一支架离水面至少有100 mm。在低温下测定针入度时,水浴中装入盐水。

6.5 平底玻璃皿

平底玻璃皿的容量不小于350 mL,深度要没过最大的样品皿。内设一个不锈钢三角支架,以保证试样皿稳定。

6.6 计时器

刻度为0.1 s或小于0.1 s,60 s内的准确度达到 ± 0.1 s的任何计时装置均可。

6.7 温度计

液体玻璃温度计,符合以下标准:刻度范围:0~50 $^\circ\text{C}$,分度值为0.1 $^\circ\text{C}$ 。

温度计应定期按液体玻璃温度计检验方法进行校正。

7 样品的制备

7.1 小心加热样品,不断搅拌以防局部过热,加热到使样品能够流动。加热时焦油沥青的加热温度不超过软化点的 60°C ,石油沥青不超过软化点的 90°C 。加热时间不超过30 min。加热、搅拌过程中避免试样中进入气泡。

7.2 将试样倒入预先选好的试样皿中。试样深度应大于预计穿入深度 10 mm。同时将试样倒入两个试样皿。

7.3 松散地盖住试样皿以防灰尘落入。在 15~30℃ 的室温下冷却 1~1.5 h (小试样皿) 或 1.5~2.0 h (大试样皿)，然后将两个试样皿和平底玻璃皿一起放入恒温水浴中，水面应没过试样表面 10 mm 以上。在规定的试验温度下冷却。小皿恒温 1~1.5 h，大皿恒温 1.5~2.0 h。

8 试验步骤

8.1 调节针入度仪的水平，检查针连杆和导轨，确保上面没有水和其他物质。先用合适的溶剂将针擦干净，再用干净的布擦干，然后将针插入针连杆中固定。按试验条件放好砝码。

8.2 将已恒温到试验温度的试样皿和平底玻璃皿取出，放置在针入度仪的平台上。慢慢放下针连杆，使针尖刚刚接触到试样的表面，必要时用放置在合适位置的光源反射来观察。拉下活杆，使其与针连杆顶端相接触，调节针入度仪上的表盘读数指零。

8.3 用手紧压按钮，同时启动秒表，使标准针自由下落穿入沥青试样，到规定时间停压按钮，使标准针停止移动。

8.4 拉下活杆，再使其与针连杆顶端相接触，此时表盘指针的读数即为试样的针入度，用 1/10 mm 表示。

8.5 同一试样至少重复测定三次。每一试验点的距离和试验点与试样皿边缘的距离都不得小于 10 mm。每次试验前都应将试样和平底玻璃皿放入恒温水浴中，每次测定都要用干净的针。当针入度超过 200 时，至少用三根针，每次试验用的针留在试样中，直到三根针扎完后再将针从试样中取出。针入度小于 200 时可将针取下用合适的溶剂擦净后继续使用。

9 精密度

9.1 三次测定针入度的平均值，取至整数，作为实验结果。三次测定的针入度值相差不应大于下列数值：

针入度：	0~49	50~149	150~249	250~350
最大差值：	2	4	6	8

9.2 重复性：同一操作者同一样品利用同一台仪器测得的两次结果不超过平均值的 4%。

9.3 再现性：不同操作者同一样品利用同一类型仪器测得的两次结果不超过平均值的 11%。

9.4 如果误差超过了这一范围，利用 7.2 中的第二个样品重复试验。

9.5 如果结果再次超过允许值，则取消所有的试验结果，重新进行试验。

10 报告

报告三个针入度值的平均值，取至整数作为试验结果。