

# T 0604-2000 沥青针入度试验

## 1 目的与适用范围

本方法适用于测定道路石油沥青、改性沥青针入度以及液体石油沥青蒸馏或乳化沥青蒸发后残留物的针入度。用本方法评定聚合物改性沥青的改性效果时，仅适用于融混均匀的样品。针入度指数用以描述沥青的温度敏感性，宜在 15、25、30 三个温度条件下测定，若 30 时的针入度值过大，可采用 5 代替。当量软化点 T800 是相当于沥青针入度为 800 时的温度，用以评价沥青的高温稳定性。当量脆点 T1.2 是相当于沥青针入度为 1.2 时的温度，用以评价沥青的低温抗裂性能。

## 2 仪器与材料

2.1 针入度仪：凡能保证针和针连杆在无明显摩擦下垂直运动，并能指示针贯入深度准确至 0.1mm 的仪器均可使用。针和针连杆组合件总质量为  $50g \pm 0.05g$ ，另附  $50g \pm 0.05g$  砝码一只，试验时总质量为  $100g \pm 0.05g$ 。当采用其它试验条件时，应在试验结果中注明。仪器设有放置平底玻璃保温皿的平台，并有调节水平的装置，针连杆应与平台相垂直。仪器设有针连杆制动按钮，使针连杆可自由下落。针连杆易于装拆，以便检查其质量。仪器还设有可自由转动与调节距离的悬臂，其端部有一面小镜或聚光灯泡，借以观察针尖与试样表面接触情况。当为自动针入度仪时，各项要求与此项相同，温度采用温度传感器测定，针入度值采用位移计测定，并能自动显示或记录，且应对自动装置的准确性经常校验。为提高测试精密度，不同温度的针入度试验宜采用自动针入度仪进行。

2.2 标准针由硬化回火的不锈钢制成，洛氏硬度 HRC54-60，表面粗糙度  $Ra0.2 \mu m \sim 0.3 \mu m$ 。针及针杆总质量  $2.5g \pm 0.05g$ ，针杆上应打印有号码标志，针应设有固定用装置盒（筒），以免碰撞针尖，每根针必须附有计量部门的检验单，并定期进行检验，其尺寸及形状如图 1。

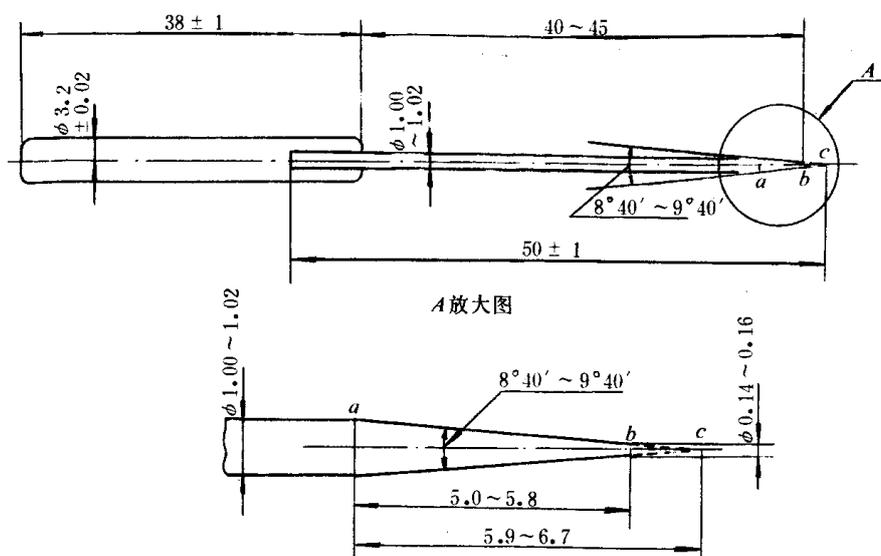


图 1 针入度标准针（单位：mm）

2.3 盛样皿：金属制，圆柱形平底。小盛样皿的内径 55mm，深 35mm（适用于针入度小于 200）；大盛样皿内径 70mm，深 45mm（适用于针入度 200 ~ 350）；对针入度大于 350 的试样需使用特殊盛样皿，其深度不小于 60mm，试样体积不少于 125mL。

2.4 恒温水槽：容量不少于 10L，控温的准确度为 0.1。水槽中应设有一带孔的搁架，位于水面下不得少于 100mm，距水槽底不得少于 50mm 处。

- 2.5 平底玻璃皿：容量不少于 1L，深度不少于 80mm。内设有一不锈钢三脚支架，能使盛样皿稳定。
- 2.6 温度计：0 ~ 50，分度为 0.1。
- 2.7 秒表：分度 0.1s。
- 2.8 盛样皿盖：平板玻璃，直径不小于盛样皿开口尺寸。
- 2.9 溶剂：三氯乙烯等。
- 2.10 其它：电炉或砂浴、石棉网、金属锅或瓷坩埚等。

## 3 方法与步骤

### 3.1 准备工作

3.1.1 按本规程 T 0602 的方法准备试样。

3.1.2 按试验要求将恒温水槽调节到要求的试验温度 25 ，或 15 、 30 ( 5 )，保持稳定。

3.1.3 将试样注入盛样皿中，试样高度应超过预计针入度值 10mm，并盖上盛样皿，以防落入灰尘。盛有试样的盛样皿在 15 -30 室温中冷却 1h-1.5h(小盛样皿)，1.5h-2h(大盛样皿)或 2h-2.5h(特殊盛样皿)后移入保持规定试验温度  $\pm 0.1$  的恒温水槽中 1h-1.5h(小盛样皿) 1.5h-2h(大试样皿)或 2h-2.5h (特殊盛样皿)。

3.1.4 调整针入度仪使之水平。检查针连杆和导轨，以确认无水和其它外来物，无明显摩擦。用三氯乙烯或其它溶剂清洗标准针，并拭干。将标准针插入针连杆，用螺丝固紧。按试验条件，加上附加砝码。

### 3.2 试验步骤

3.2.1 取出达到恒温的盛样皿，并移入水温控制在试验温度  $\pm 0.1$  (可用恒温水槽中的水)的平底玻璃皿中的三角支架上，试样表面以上的水层深度不少于 10mm。

3.2.2 将盛有试样的平底玻璃皿置于针入度仪的平台上。慢慢放下针连杆，用适当位置的反光镜或灯光反射观察，使针尖恰好与试样表面接触。拉下刻度盘的拉杆，使与针连杆顶端轻轻接触，调节刻度盘或深度指示器的指针指示为零。

3.2.3. 开动秒表，在指针正指 5s 的瞬间，用手紧压按钮，使标准针自动下落贯入试样，经规定时间，停压按钮使针停止移动。

注：当采用自动针入度仪时，计时与标准针落下贯入试样同时开始，至 5s 时自动停止。

3.2.4 拉下刻度盘拉杆与针连杆顶端接触，读取刻度盘指针或位移指示器的读数，准确至 0.5(0.1 mm)。

3.2.5 同一试样平行试验至少 3 次，各测试点之间及与盛样皿边缘的距离不应少于 10mm。每次试验后应将盛有盛样皿的平底玻璃皿放入恒温水槽，使平底玻璃皿中水温保持试验温度。每次试验应换一根干净标准针或将标准针取下用蘸有三氯乙烯溶剂的棉花或布揩净，再用干棉花或布擦干。

3.2.6 测定针入度大于 200 的沥青试样时，至少用 3 支标准针，每次试验后将针留在试样中，直至 3 次平行试验完成后，才能将标准针取出。

3.2.7 测定针入度指数 PI 时，按同样的方法在 15 、 25 、 30 (或 5 )3 个温度条件下分别测定沥青的针入度。

## 4 计算

根据测试结果可按以下方法计算针入度指数、当量软化点及当量脆点。

### 4.1 诺模图法

将 3 个或 3 个以上不同温度条件下测试的针入度值绘于图 2 的针入度温度关系诺模图中，按最小二乘法法则绘制回归直线，将直线向两端延长，分别与针入度为 800 及 1.2 的水平线相交，交点的温度即为当量软化点 T800 和当量脆点 T1.2。以图中 O 点为原点，绘制回归直线的平行线，与 PI 线相交，读取交点处的 PI 值即为该沥青的针入度指数。

此法不能检验针入度对数与温度直线回归的相关系数，仅供快速草算时使用。

### 4.2 公式计算法

4.2.1 对不同温度条件下测试的针入度值取对数，令  $y = \lg P$ ， $x = T$ ，按式(1)的针入度对数与温度的直线关系，进行  $y = a + bx$  一元一次方程的直线回归，求取针入度温度指数  $AIgPen$ 。

$$\lg P = K + AIgPen \times T \quad (1)$$

式中：T——不同试验温度，相应温度下的针入度为 P；

K——回归方程的常数项 a；

$AIgPen$ ——为回归方程系数 b。

按式(1)回归时必须进行相关性检验，当温度条件为 3 个时，直线回归相关系数 R 不得小于 0.997 (置信度 95%)，否则，试验无效。

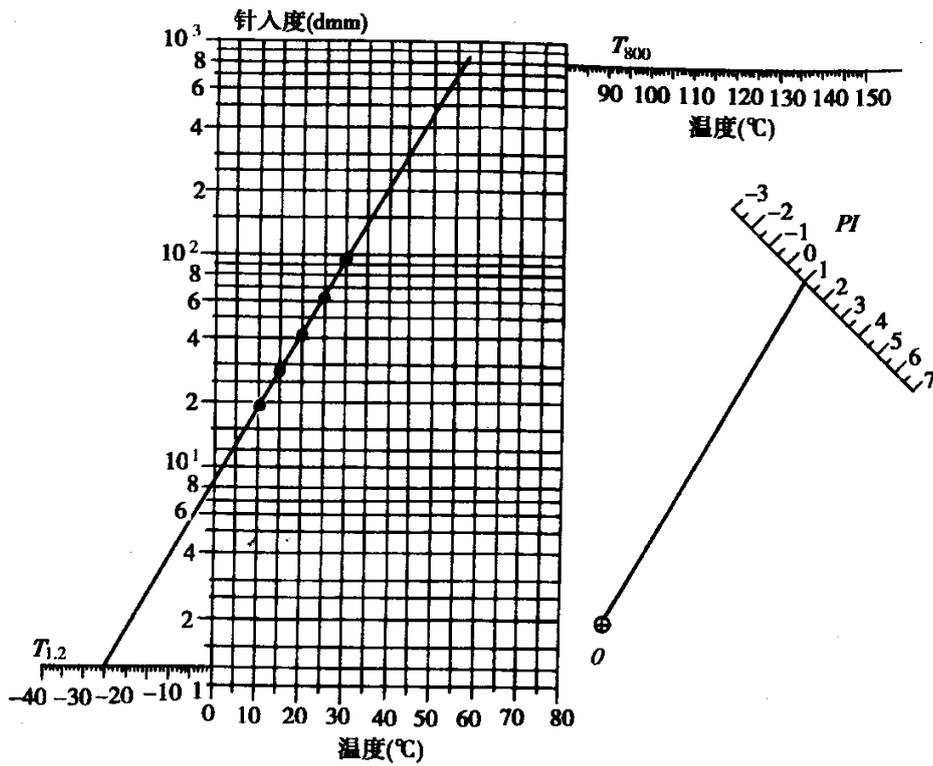


图 2 确定道路沥青  $PI$ 、 $T_{800}$ 、 $T_{1.2}$  的针入度温度关系诺模图

4.2.2 按式(2)确定沥青的针入度指数  $PI$ , 并记为  $PI_{lgPen}$

$$PI_{lgPen} = \frac{20 - 500A_{lg Pen}}{1 + 50A_{lg Pen}} \quad (2)$$

4.2.3 按式(3)确定沥青的当量软化点  $T_{800}$

$$T_{800} = \frac{\lg 800 - K}{A_{lg Pen}} = \frac{2.9031 - K}{A_{lg Pen}} \quad (3)$$

4.2.4 按式(4)确定沥青的当量脆点  $T_{1.2}$

$$T_{1.2} = \frac{\lg 1.2 - K}{A_{lg Pen}} = \frac{0.0792 - K}{A_{lg Pen}} \quad (4)$$

4.2.5 按式(5)计算沥青的塑性温度范围  $T$

$$T = T_{800} - T_{1.2} = \frac{2.8239}{A_{lg Pen}} \quad (5)$$

## 5 报告

5.1 应报告标准温度(25)时的针入度  $T_{25}$  以及其它试验温度  $T$  所对应的针入度  $P$ , 及由此求取针入度指数  $PI$ 、当量软化点  $T_{800}$ 、当量脆点  $T_{1.2}$  的方法和结果, 当采用公式计算法时, 应报告按式(1)回归的直线

相关系数R。

5.2 同一试样 3 次平行试验结果的最大值和最小值之差在下列允许偏差范围内时,计算 3 次试验结果的平均值,取整数作为针入度试验结果,以 0.1mm 为单位。

针入度(0.1mm)	允许差值(0.1mm)
0 — 49	2
50 ~ 149	4
150 ~ 49	12
250 ~ 500	20

当试验值不符此要求时,应重新进行。

## 6 精密度或允许差

6.1 当试验结果小于 50(0.1mm)时,重复性试验的允许差为 2(0.2mm),复现性试验的允许差为 4(0.1mm)。

6.2 当试验结果等于或大于 50(0.1mm)时,重复性试验的允许差为平均值的 4%,复现性试验的允许差为平均值的 8%。