

石油沥青针入度测定法

GB/T 4509—84

Test method for penetration
of petroleum bitumens

本标准适用于测定针入度小于350的石油沥青的针入度。

1 方法概要

石油沥青的针入度以标准针在一定的荷重、时间及温度条件下垂直穿入沥青试样的深度来表示，单位为十分之一毫米。非经另行规定，标准针、针连杆与附加砝码的合重为 100 ± 0.1 克，温度为 25°C ，时间为5秒。特定试验可使用的其他条件如下：

温度， $^\circ\text{C}$	荷重，克	时间，秒
0	200	60
4	200	60
46	50	5

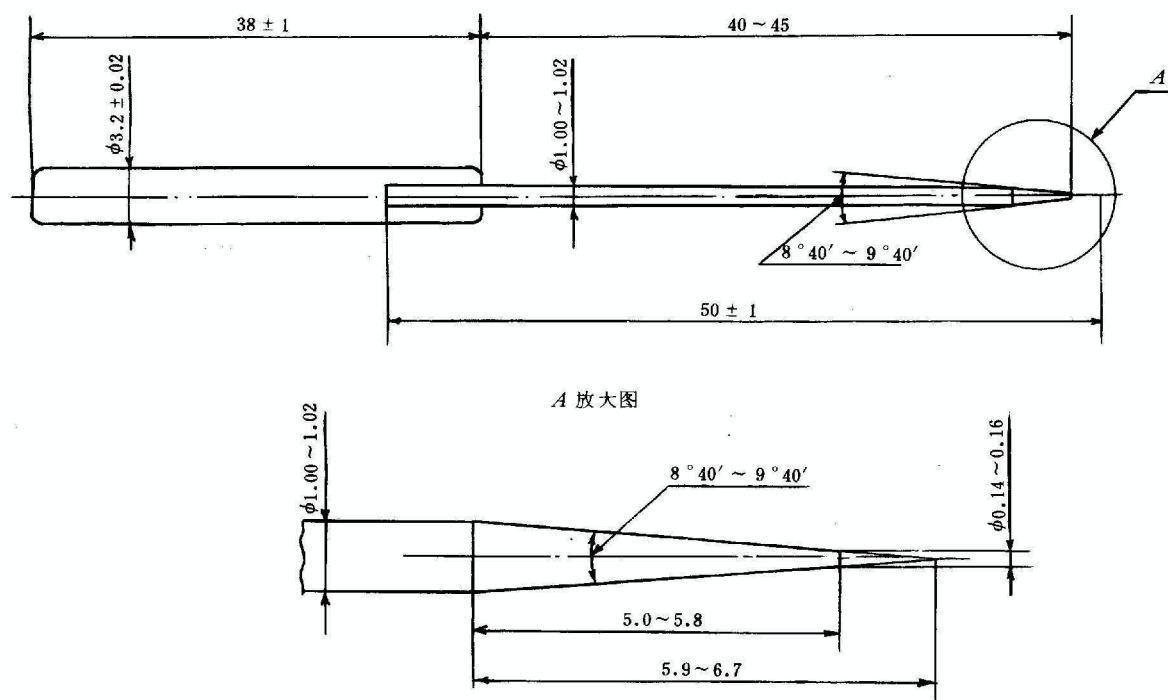
特定试验，报告中应注明试验条件。

2 仪器

2.1 针入度计：凡允许针连杆在无明显磨擦下垂直运动，并且能指示穿入深度准确至0.1毫米的仪器均可应用。针连杆重量应为 47.5 ± 0.05 克，针和针连杆组合件总重量应为 50 ± 0.05 克。针入度计附带 50 ± 0.05 克和 100 ± 0.05 克砝码各一个。仪器设有放置平底玻璃皿的平台，并有可调水平的机构，针连杆应与平台相垂直。仪器设有针连杆制动按钮，紧压按钮，针连杆可自由下落。针连杆易于卸下，以便检查其重量。

2.2 标准针：标准针应由硬化回火的不锈钢制成，洛氏硬度为54~60。尺寸要求如下图所示：

针长度约50毫米，直径为1.00~1.02毫米。其一端应对称地逐渐磨细成圆锥体，锥体的角度为 $8^\circ 40' \sim 9^\circ 40'$ ，圆锥应与直体同轴。圆锥表面与直体表面交界线的轴向最大偏差不大于0.2毫米。切平的圆锥端直径为 0.15 ± 0.01 毫米，并与针轴成 $90^\circ \pm 2^\circ$ 角。切平的圆锥端面应锐利没有毛刺。针的表面光洁度不低于 $\nabla 9$ 。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毫米之内。金属箍的直径为 3.2 ± 0.05 毫米，长度为 38 ± 1 毫米。针应牢固地装在箍上，针尖及针的任何其余部分均不得偏离箍轴1毫米以上。针与箍组件的重量应为 2.5 ± 0.05 克，每个针箍上打印单独的标志号码。



针入度标准针

2.3 试样皿：应使用符合以下尺寸的金属圆柱形平底容器。

针入度小于200时，试样皿内径55毫米，内部深度为35毫米；针入度在200~350时，试样皿内径70毫米，内部深度为45毫米。

2.4 恒温水浴：容量不小于10升，能保持温度在试验温度的 $\pm 0.1^\circ\text{C}$ 范围内。水中应备有一个带孔的支架，位于水面下不少于100毫米，距浴底不少于50毫米处。

注：在某些条件不具备的场合，控温范围可允许放宽到 $\pm 0.5^\circ\text{C}$ ，但仲裁试验必须在 $\pm 0.1^\circ\text{C}$ 之内。

2.5 平底玻璃皿：容量不小于0.5升，深度不少于80毫米。内设一个不锈钢三腿支架，能使试样皿稳定。

2.6 秒表：刻度0.1秒或小于0.1秒、60秒间隔内的准确度达到 ± 0.1 秒的任何秒表均可使用。

2.7 温度计：液体玻璃温度计，符合以下要求：

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定方法进行校正。

2.8 金属皿或瓷柄皿：熔化试样用。

2.9 筛：筛孔为0.3~0.5毫米的金属网。

2.10 砂浴或可控制温度的密闭电炉。砂浴用煤气灯或电加热。

3 准备工作

3.1 将预先除去水分的沥青试样在砂浴或密闭电炉上小心加热，不断搅拌以防止局部过热，加热温度不得超过试样估计软化点100 $^\circ\text{C}$ 。加热时间不得超过30分钟，用筛过滤除去杂质。加热、搅拌过程中避免试样中混入空气泡。

3.2 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毫米。

3.3 松松地盖住试样皿以防落入灰尘，使其在15~30 $^\circ\text{C}$ 的空气中冷却1~1.5小时（小试样皿）或

1.5~2小时(大试样皿)。然后将试样皿移入维持在规定试验温度的恒温水浴中。小试样皿恒温1~1.5小时,大试样皿恒温1.5~2小时。

4 试验步骤

4.1 调节针入度计的水平,检查针连杆和导轨,以确认无水和其他外来物,无明显磨擦。用甲苯或其他合适的溶剂清洗针,用干净布将其擦干,把针插入针连杆中固紧。按试验条件放好砝码。

4.2 到恒温时间后,取出试样皿,放入水温控制在试验温度的平底玻璃皿中的三腿支架上,试样表面以上的水层高度应不小于10毫米。(平底玻璃皿可用恒温浴的水)将平底玻璃皿放于针入度计的平台上。

4.3 慢慢放下针连杆,使针尖刚好与试样表面接触。必要时用放置在合适位置的光源反射来观察。拉下活杆,使与针连杆顶端相接触,调节针入度计刻度盘使指针指零。

4.4 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,使针停止移动。

4.5 拉下活杆与针连杆顶端接触,此时刻度盘指针的读数即为试样的针入度。

4.6 同一试样重复测定至少三次,各测定点之间及测定点与试样皿边缘之间的距离不应小于10毫米。每次测定前应将平底玻璃皿放入恒温水浴。每次测定换一根干净的针或取下针用甲苯或其他溶剂擦干净,再用干净布擦干。

4.7 测定针入度大于200的沥青试样时,至少用三根针,每次测定后将针留在试样中,直至三次测定完成后,才能把针从试样中取出。

5 精密度

5.1 取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 10

若差值超过上表数值,试验应重做。

5.2 关于重复性与再现性的要求。

试样针入度, 25℃	重 复 性	再 现 性
小于50	不超过2单位	不超过4单位
50及大于50	不超过平均值的4%	不超过平均值的8%

附加说明:

本标准由中国石油化工总公司提出。

本标准由华东石油学院归口。

本标准由华东石油学院负责起草。

本标准主要起草人贾生盛、范耀华、王仁安。

本标准是参照ASTM D5—73(1978) Standard test method for penetration of bituminous materials制定的。

自本标准实施之日起,原石油工业部部标准SY 2801—77《石油沥青针入度测定法》作废。