ICS 75.140
E 43

# 中华人民共和国国家标准

GB/T 4509—2010
代替 GB/T 4509—1998

# 沥青针入度测定法

## Standard test method for penetration of bitumen

2011-01-10 发布　　2011-05-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会　发布

# 前　言

本标准修改采用美国 ASTM D5:2006《沥青针入度测定法》(英文版)。

本标准根据 ASTM D5:2006 重新起草。

本标准与 ASTM D5:2006 相比技术性修改内容如下:

——本标准删除 ASTM D5:2006 第 2 章引用文献 2.1 中 ASTM E 1、ASTM E 77 、ASTM E 1137/E 1137M、ASTM E 2251 的引用文件,删除 2.2 中 ANSI Standard:B46.1 和 2.3 ISO Standard 468 引用文件;

——因不属于国家标准内容,本标准删除 ASTM D5:2006 第 4 章意义和用途;

——根据针入度皿尺寸越大,对样品性质的影响越小。所以本标准将针入度皿的直径和深度尺寸要求均改为相应的最小尺寸(见本版的 5.3,ASTM D5:2006 版 6.3);

——为了便于标准的应用,本标准将 ASTM D5:2006 中精密度以公式计算方式修改为数据范围方式(见本版中第 9 章,ASTM D5:2006 中的第 11 章);

——为了更准确测量样品的针入度,本标准将 ASTM D5:2006 的 11.1 中 250～500 针入度范围划分为 250～350、350～500 两个范围,并将平行实验结果的取舍应满足的要求分别改为 8 和 20。(见本版的 8.1,ASTM D5:2006 中的 11.1);

——因不属于国家标准内容,本标准删除 ASTM D5:2006 中第 12 章关键词。

本标准与 ASTM D5:2006 相比章条变化如下:

——删除 ASTM D5:2006 中第 4 章意义和用途;

——本标准将 ASTM D5:2006 中第 8 章试验条件与第 4 章方法概要合并为第 4 章;

——删除 ASTM D5:2006 中第 12 章;

——其他章节号作相应改动。

本标准与 ASTM D5:2006 相比编辑性修改内容如下:删除所有括号中的非 SI 单位制,保留 SI 单位制(见正文)。

本标准代替 GB/T 4509—1998《沥青针入度测定法》。

本标准与 GB/T 4509—1998 的相比主要变化如下:

——本标准增加了长针的内容(见本版 5.2.1,GB/T 4509—1998 标准 6.2.1);

——本标准增加了针入度小于 40 的针入度皿尺寸的要求(见本版 5.3,GB/T 4509—1998 标准 6.3);

——本标准中增加“或满足此准确度、精度和灵敏度的测温装置均可用。”的内容(见本版 5.7,GB/T 4509—1998 中 6.7);

——本标准中增加“如果测试时针入度仪是在水浴中,则直接将试样皿放在浸在水中的支架上,使试样完全浸在水中。如果实验时针入度仪不在水浴中,”的内容(见本版的 7.2,GB/T 4509—1998 的 8.2);

——本标准增加“当针入度超过 200 时,每个试样皿中扎一针,三个试样皿得到三个数据。或者每个试样至少用三根针,每次试验用的针留在试样中,直到三根针扎完时再将针从试样中取出。但是这样测得的针入度的最高值和最低值之差,不得超过 9.1 中的规定。”(见本版 7.5,GB/T 4509—1998 中 8.5);

——本标准将“加热样品时间不多于 30 min,”改为“加热时间在保证样品充分流动的基础上尽量少。”(见本版 6.1,GB/T 4509—1998 中 7.1);

——本标准增加了 350～500 范围针入度平行样品结果最大差值为 20 的要求(见本版 8.1，GB/T 4509—1998 标准 9.1)；

——删除 GB/T 4509—1998 标准第 4 章意义和用途一章。

本标准由全国石油产品和润滑剂标准化技术委员会提出。

本标准由全国石油产品和润滑剂标准化技术委员会石油沥青分技术委员会归口。

本标准起草单位：中国石油大学(华东)重质油研究所。

本标准主要起草人：张小英、高琦琳。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 4509—1984、GB/T 4509—1998。

STANDARDS PRESS OF CHINA

# 沥青针入度测定法

## 1 范围

本标准规定了针入度范围为(0～500)1/10 mm 的标准针、试样皿和其他试验条件。

本标准适用于测定针入度范围从(0～500)1/10 mm 的固体和半固体沥青材料的针入度。

注：用于本方法中的乳化沥青残留物样品的制备和试验，可以参考 SH/T 0099.4 试验方法。

## 2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修改版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件其最新版本适用于本标准。

GB/T 4507 沥青软化点测定法

SH/T 0099.4 乳化沥青蒸发残留物含量测定法

## 3 术语和定义

下列术语与定义适用于本标准。

3.1

**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 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质量为(100±0.05)g，温度为(25±0.1)℃，时间为 5 s。特定试验可采用的其他条件如表 1 所示。

表 1

| 温度/℃ | 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。

## 5 仪器

### 5.1 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。针连杆的质量为(47.5±0.05)g。针和针连杆的总质量为(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，以便定期检查其质量。

## 5.2 标准针

5.2.1 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，长针长约 60 mm，所有针的直径为 1.00 mm～1.02 mm。针的一端应磨成 8.7°～9.7°的锥形。锥形应与针体同轴，圆锥表面和针体表面交界线的轴向最大偏差不大于 0.2 mm，切平的圆锥端直径应在 0.14 mm～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 μm～0.3 μm，针应装在一个黄铜或不锈钢的金属箍中。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。针箍及其附件总质量为(2.50±0.05)g。可以在针箍的一端打孔或将其边缘磨平，以控制质量。每个针箍上打印单独的标志号码。

5.2.2 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应满足 5.2.1 的要求，对每一根针应附有国家计量部门的检验单。

单位为毫米

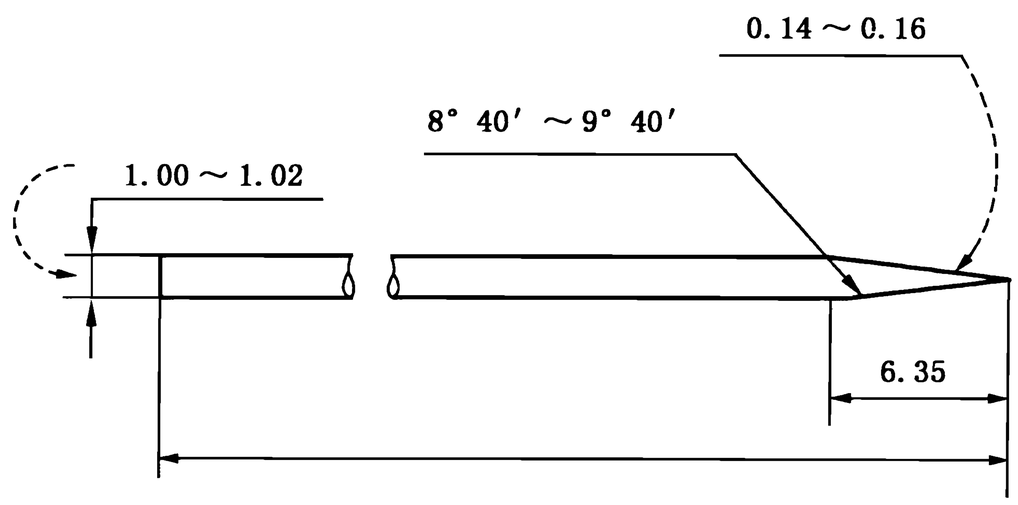


图 1 沥青针入度试验用针

## 5.3 试样皿

应使用最小尺寸符合表 2 要求的金属或玻璃的圆柱型平底容器。

表 2

| 针入度范围 | 直径/mm | 深度/mm |
|---|---|---|
| 小于 40 | 33～55 | 8～16 |
| 小于 200 | 55 | 35 |
| 200～350 | 55～75 | 45～70 |
| 350～500 | 55 | 70 |

## 5.4 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 ℃范围内的水浴。水浴中距水底部 50 mm 处有一个带孔的支架，这一支架离水面至少有 100 mm。如果针入度测定时在水浴中进行，支架应足够支撑针入度仪。在低温下测定针入度时，水浴中装入盐水。

注：水浴中建议使用蒸馏水，小心不要让表面活性剂、隔离剂或其他化学试剂污染水，这些物质的存在会影响针入度的测定值。建议测量针入度温度小于或等于 0 ℃时，用盐调整水的凝固点，以满足水浴恒温的要求。

## 5.5 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。

## 5.6 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。直接连到针入度仪上的任何计时设备应进行精确校正以提供±0.1 s 的时间间隔。

### 5.7 温度计

液体玻璃温度计，符合以下标准：刻度范围：－8 ℃～55 ℃，分度值为 0.1 ℃。或满足此准确度、精度和灵敏度的测温装置均可用。温度计或测温装置应定期按检验方法进行校正。

## 6 试验样品的制备

6.1 小心加热样品，不断搅拌以防局部过热，加热到使样品能够易于流动。加热时焦油沥青的加热温度不超过软化点的 60 ℃，石油沥青不超过软化点的 90 ℃。加热时间在保证样品充分流动的基础上尽量少。加热、搅拌过程中避免试样中进入气泡。

6.2 将试样倒入预先选好的试样皿中，试样深度应至少是预计锥入深度的 120%。如果试样皿的直径小于 65 mm，而预期针入度高于 200，每个实验条件都要倒三个样品。如果样品足够，浇注的样品要达到试样皿边缘。

6.3 将试样皿松松地盖住以防灰尘落入。在 15 ℃～30 ℃的室温下，小的试样皿（$\phi$33 mm×16 mm）中的样品冷却 45 min～1.5 h，中等试样皿（$\phi$55 mm×35 mm）中的样品冷却 1 h～1.5 h；较大的试样皿中的样品冷却 1.5 h～2.0 h，冷却结束后将试样皿和平底玻璃皿一起放入测试温度下的水浴中，水面应没过试样表面 10 mm 以上。在规定的试验温度下恒温，小试样皿恒温 45 min～1.5 h，中等试样皿恒温 1 h～1.5 h，更大试样皿恒温 1.5 h～2.0 h。

## 7 试验步骤

7.1 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。如果预测针入度超过 350 应选择长针，否则用标准针。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。按试验条件选择合适的砝码并放好砝码。

7.2 如果测试时针入度仪是在水浴中，则直接将试样皿放在浸在水中的支架上，使试样完全浸在水中。如果实验时针入度仪不在水浴中，将已恒温到试验温度的试样皿放在平底玻璃皿中的三角支架上，用与水浴相同温度的水完全覆盖样品，将平底玻璃皿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观察针头位置使针尖与水中针头的投影刚刚接触为止。轻轻拉下活杆，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或归零。

7.3 在规定时间内快速释放针连杆，同时启动秒表或计时装置，使标准针自由下落穿入沥青试样中，到规定时间使标准针停止移动。

7.4 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，或自动方式停止锥入，通过数据显示设备直接读出锥入深度数值，得到针入度，用 1/10 mm 表示。

7.5 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。当针入度小于 200 时可将针取下用合适的溶剂擦净后继续使用。当针入度超过 200 时，每个试样皿中扎一针，三个试样皿得到三个数据。或者每个试样至少用三根针，每次试验用的针留在试样中，直到三根针扎完时再将针从试样中取出。但是这样测得的针入度的最高值和最低值之差，不得超过 9.1 中的规定。

## 8 报告

8.1 报告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表 3 中的数值。

表 3

1/10 mm

| 针入度 | 0～49 | 50～149 | 150～249 | 250～350 | 350～500 |
|---|---|---|---|---|---|
| 最大差值 | 2 | 4 | 6 | 8 | 20 |

8.2 如果误差超过了这一范围，利用 6.2 中的第二个样品重复试验。

8.3 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。

## 9 精密度和偏差

9.1 重复性：同一操作者在同一实验室用同一台仪器对同一样品测得的两次结果不超过平均值的 4%。

9.2 再现性：不同操作者在不同实验室用同一类型的不同仪器对同一样品测得的两次结果不超过平均值的 11%。

9.3 因为试验测定值由试验方法进行定义，本实验方法得到的数据没有偏差。



GB/T 4509-2010

版权专有 侵权必究

*

书号：155066・1-42296

定价： 14.00 元

打印日期：2011年5月18日 F008