

前 言

本标准在 GB 8728—88《焦化产品软化点测定方法》、GB 2294—80《煤沥青软化点测定方法》的基础上,综合了二个标准的共同处,合并成本标准。本标准扩大了适用范围、统一了采样、制样的方法,并把熔样方法纳入采制样品的条文中。取消了 GB 2294—80 中的注。操作步骤用表格的形式进行了规定等。

本标准从生效之日起,同时代替 GB 2294—80、GB 8728—88 二个标准。

本标准由冶金工业部提出。

本标准由冶金工业部信息标准研究院归口。

本标准起草单位:包头钢铁公司、冶金工业部信息标准研究院。

本标准主要起草人:闫国强、赵彦、徐艳华、孙伟。

GB 2294 于 80 年首次发布、GB 8728 于 88 年首次发布。

中华人民共和国国家标准

焦化固体类产品软化点 测定方法

GB/T 2294—1997

代替 GB 2294—80
GB 8728—88

Solid products of coal carbonization
—Determination of softening point

1 范围

本标准规定了焦化固体类产品煤沥青、固体古马隆-茚树脂软化点测定的原理、仪器、试验步骤、试验结果和精密度。

本标准适用于焦化固体类产品煤沥青、固体古马隆-茚树脂软化点的测定。

2 引用标准

下列标准所包括的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。在标准出版时所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB 2000—80 焦化产品固体类取样方法

GB 2291—80 煤沥青试验室试样的制备方法

3 试样的采取和制备

3.1 试样的采取按 GB 2000 的规定进行。

3.2 试样的制备按 GB 2291 的规定进行。

3.3 熔样

3.3.1 仪器

3.3.1.1 空气浴:用白铁皮制成,直径 180 mm,高 110 mm,上面开有直径 52 mm 孔 1~3 个和直径 24 mm 孔 2 个。见图 1。

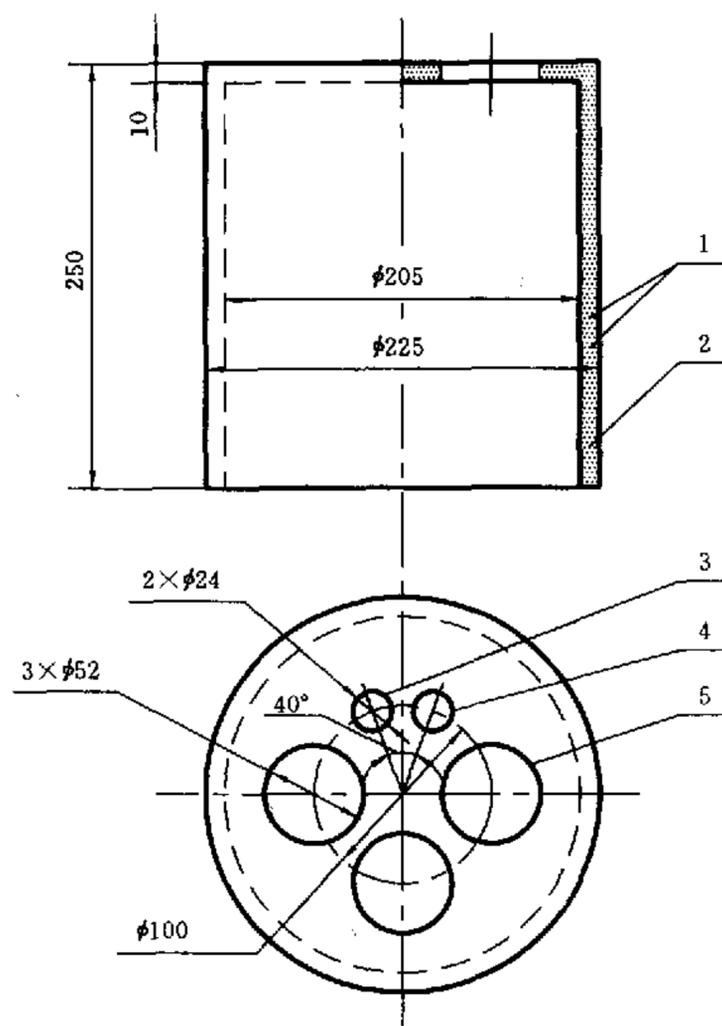
3.3.1.2 熔样勺:容积 50 mL。

3.3.1.3 加热器:可调电炉。

3.3.1.4 玻璃温度计:0~250℃,分格值 1℃。

3.3.1.5 温度控制仪:20~300℃,其探头插入空气浴中的深度,应与熔样与底部齐平。

3.3.2 取小于 3 mm 干燥试样约 10 g 置于熔样勺中,使试样溶化,不时搅拌,赶走试样中的空气泡。熔样温度按 6.7 规定进行。



1—镀锌铁板(厚 0.5 mm);2—石棉绒;3—测温孔;4—接触式温度计孔;5—熔样勺孔

图 1

方法 A 环球法

4 原理

一定体积的试样,在一定重量的负荷下加热,试样软化下垂至一定距离时的温度,即为软化点。

5 仪器与试剂

5.1 仪器

5.1.1 软化点测定仪:如图 2、由下列附件组成。

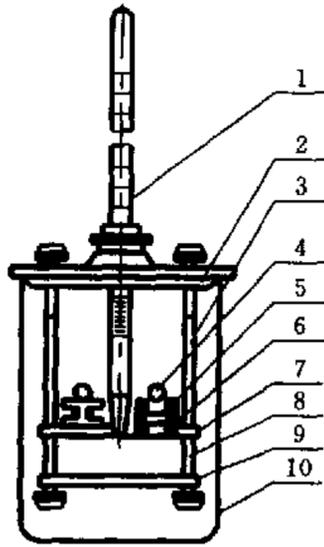
钢球:直径 9.53 mm,质量 3.50 ± 0.05 g。

铜环:如图 3。

钢球定位器:如图 4。

5.1.2 金属架:由两个杆和三层平行的金属板组成,上层为一圆盘,直径 120.7 mm(大于烧杯直径),中间有一孔可插温度计,中层是具有三个圆孔的平板。两旁的两孔,安放铜环,中间小孔支持温度计的水银球,距环上面 51 mm 处杆上刻有油高标记,下层的上面距中层铜环的底面为 25.4 mm,其形状尺寸如图 5。

5.1.3 环夹:由薄钢条制成,其形状尺寸如图 6。



1—温度计；2—上承板；3—框轴；
4—钢球；5—环套；6—环；7—中
承板；8—支承套；9—下承板；
10—烧杯

图 2

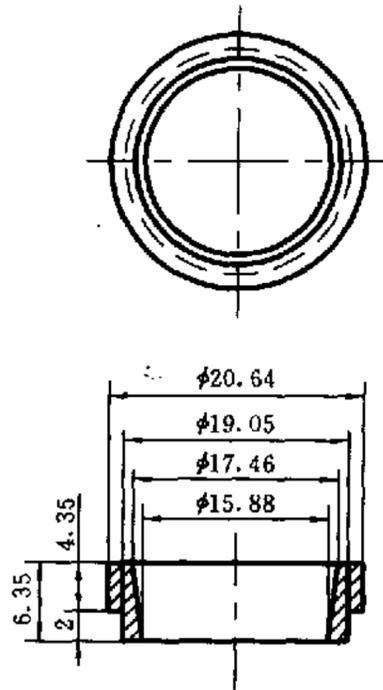


图 3

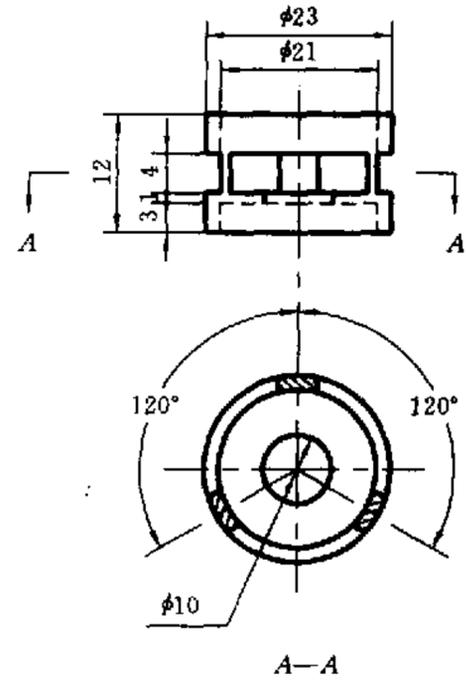


图 4

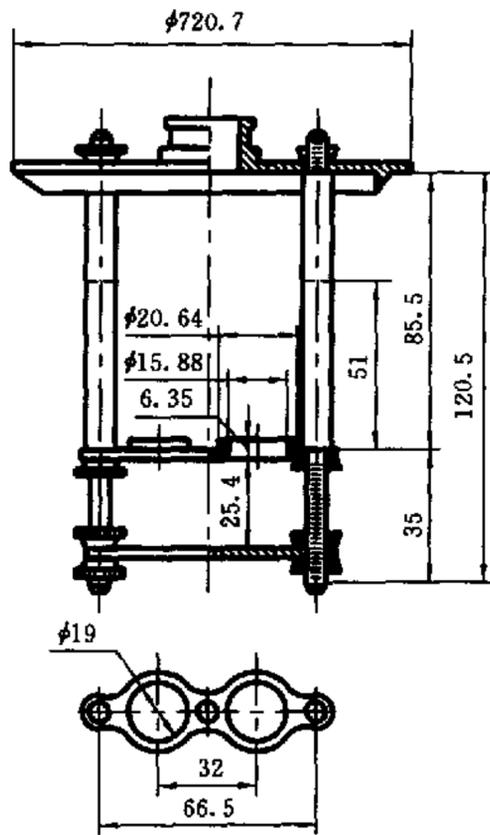


图 5

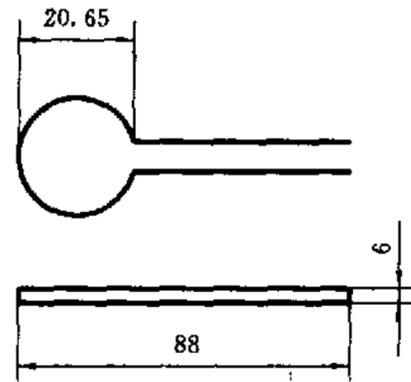


图 6

- 5.1.4 玻璃烧杯：容积 800 mL，直径 105 mm，高 135 mm。
- 5.1.5 温度计：温度范围 $0^{\circ}\text{C} \sim 100^{\circ}\text{C}$ ， $50^{\circ}\text{C} \sim 150^{\circ}\text{C}$ ，分格值 0.2°C 。
- 5.1.6 光滑金属板。
- 5.1.7 小刀。
- 5.1.8 加热器：煤气灯或可缓慢调整功率的电热器。
- 5.2 试剂
- 5.2.1 凡士林或黄油。
- 5.2.2 甘油。

6 试验步骤

- 6.1 按 3.3 规定的方法熔好试样。
- 6.2 使铜环稍热,置于涂有凡士林的热金属板上,立即将熔好的试样倒入铜环中,至稍高出环上边缘为止。
- 6.3 待铜环冷却至室温,用环夹夹住铜环,用温热刮刀刮去铜环上多余的试样,刮时要使刀面与环面齐平。低温煤沥青需把装有试样的铜环连同金属板置于 5℃ 水浴中,冷却 5 min,取出刮平后,再放入 5℃ 水浴中冷却 20 min。
- 6.4 将装有试样的铜环置于金属架中层板上的圆孔中,装上定位器和钢球,将金属架置于盛有规定溶液的烧杯中,任何部分不应附有气泡,然后将温度计插入,使水银球下端与铜环的下面齐平。
- 6.5 将烧杯置于有石棉网的三脚架上,按 6.7 操作表中规定的起始温度和升温速度开始均匀升温加热,超过规定升温速度试验作废。
- 6.6 当试样软化下垂,刚接触金属架下层板时立即读取温度计温度,取两环试样软化温度的算术平均值,作为试样的软化点。若两环试样软化点超过 1℃ 时,应重做试验。
- 6.7 不同软化点的试样操作按表 1 规定进行。

表 1

操作项目	软化点温度范围		
	>95℃	75~95℃	<75℃
规定溶液	纯甘油	密度为 1.12 ~ 1.14 甘油水溶液	5℃ 水浴
熔样温度	在 220℃ ~ 230℃ 空气浴上加热	在 170℃ ~ 180℃ 空气浴上加热	在 70℃ ~ 80℃ 水浴上加热
升温速度	当溶液温度达 70℃ 时,保持 5 ± 0.2℃/min	当溶液温度达 45℃ 时,保持 5 ± 0.2℃/min	开始升温时保持 5 ± 0.2℃/min

7 精密度

- 7.1 重现性 r : 不大于 1.5℃
- 7.2 再现性 R : 不大于 2.5℃

方法 B 杯球法

8 原理

试样悬置在一个底部有 6.35 mm 孔的脂杯中,其顶部正中放有直径 9.53 mm 的钢球,当试样在空气中以线性速率升温时,试样向下流动遮断光束时的温度,即为软化点。标定检测的距离为 19 mm。

9 仪器与试剂

9.1 仪器

9.1.1 滴点、软化点测定仪(以下简称杯球仪):测量范围,室温至 199℃,最小显示值 0.1℃。测定仪由下列部件组成:

9.1.1.1 检测单元:由电热炉、冷却风扇、铂电阻、光源、光电池等检测原件组成,炉温精度 ±0.5℃。

- 9.1.1.2 温度程控数字显示单元:具有自动线性升温速率选择旋钮,温度自动显示窗等。
- 9.1.1.3 脂杯:测软化点用,内孔 $\phi 9.9$ mm,落孔 $\phi 6.35$ mm,杯底半径为 4.6 ± 0.1 mm;标定用,内孔 $\phi 9.9$ mm落孔 $\phi 2.8$ mm,杯底半径为 4.6 ± 0.1 mm。如图7。
- 9.1.1.4 钢球:直径9.53 mm 质量 3.5 ± 0.1 g。
- 9.1.1.5 装样棒。
- 9.1.1.6 夹头,如图8。
- 9.1.1.7 狭缝套,如图9。

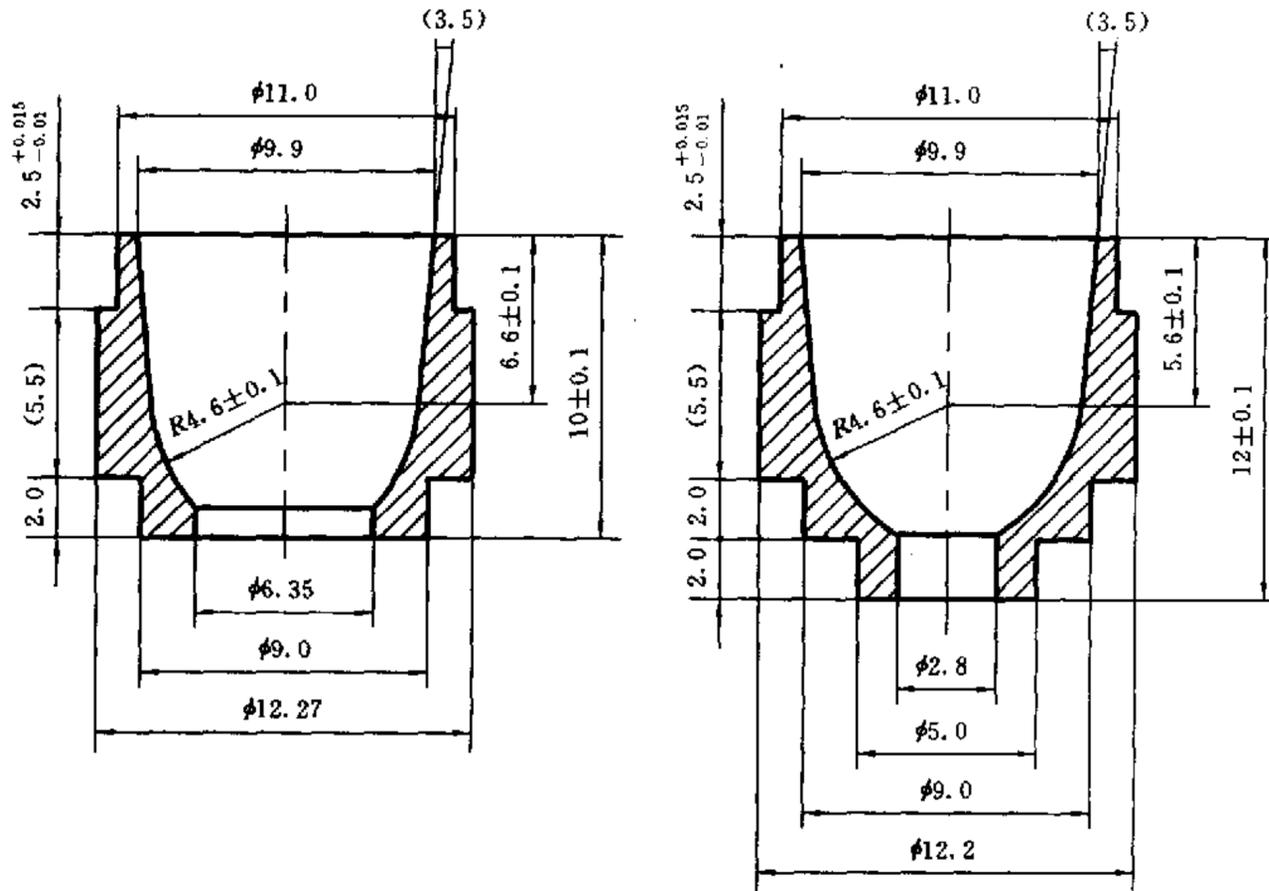


图7 脂杯

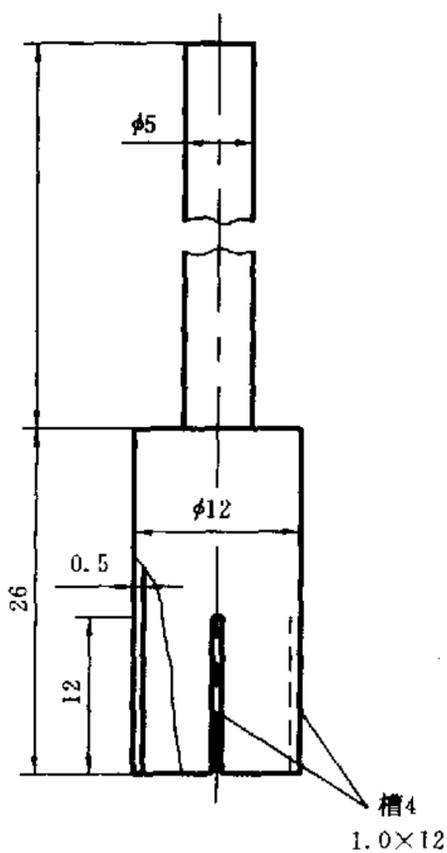


图8 夹头

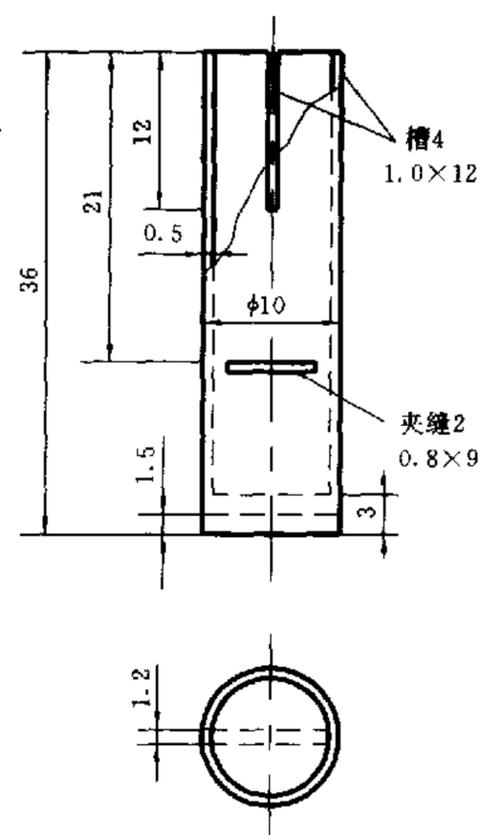


图9 狭缝套

9.1.1.8 刮刀。

9.1.2 金属板:表面光滑。

9.2 试剂

9.2.1 苯甲酸:分析纯或基准试剂。

9.2.2 二甲苯或洗油:化学纯或工业品。

9.2.3 凡士林。

10 杯球仪的标定

10.1 将脂杯(底孔为 $\phi 2.8$ mm)放在一块清洁平坦的板上,用苯甲酸装填,重复装填和压入的操作,可用与脂杯上口径相当的金属棒压紧苯甲酸,直到杯内填满苯甲酸。去掉杯子外部多余的结晶,使杯面苯甲酸与杯口齐平。

10.2 将杯球仪的电热炉预热到 121°C ,并保持其温度。把苯甲酸脂杯套上夹头及狭缝套,组成试样筒,插入电热炉中,使狭缝套底部一槽正好落入定位搭子上,使其不能旋转为止。插入试样筒 30 s以后,按下锁数解脱按钮,开始以 $0.2^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的速度升温加热。直到试样滴点,仪器自动锁定该点温度。数字显示板上留下该滴点温度。

10.3 到达滴点后,立即取出试样筒,核实样品已经遮断过光速,而没有发生预先触发。如果怀疑失灵,全部步骤必须重做。取出脂杯,除去杯和狭缝套底部留下的苯甲酸,并清洗后备用。

10.4 测得滴点在 $123.5\pm 0.5^{\circ}\text{C}$ 范围内,说明杯球仪所示温度正确。如超出这个温度范围,则需要用新启封的苯甲酸重新测定其滴点。如果偏差仍超出 0.5°C ,则该仪器需要重新校正或修理。

11 试验步骤

11.1 按3.3规定的方法熔好试样。

11.2 使脂杯稍热,置于涂有凡士林的热金属板上,立即将熔好的试样倒入脂杯中,至稍高出杯的上边缘为止。

11.3 待脂杯冷却至室温,用温热的小刀刮去高出脂杯上多余的试样,刮时要使刀面与杯面齐平,刮到使试样与杯顶部平齐。

11.4 检查杯球仪“校正”旋钮应在“测定”位置上,拨盘数字在室温上,开启电源后稳定 20 min。选择线性升温速率为 $1.5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 。

11.5 根据试样的软化点,设定“起始温度”为低于软化点 15°C 左右。按“预置”按钮使炉子达到起始温度。

11.6 在装上试样的脂杯中央放上钢球,然后将脂杯套上夹头及狭缝套,组成试样筒,小心地插入炉子中。插入后,狭缝套底部一槽应正好落入定位搭子上,使其不能旋转为止。此时狭缝在左右两侧,能使光束通过。放好脂杯后,按动锁数解脱按钮,使数字窗口的小红点消失。

11.7 待炉温恢复到“起始温度”时,按动“升温”按钮,到达试样软化点时,仪器自动锁定该点温度,窗口小红点闪亮。读取软化点后,再按锁数解脱按钮,使电炉冷却降温,仪器恢复到试验开始前状态。

11.8 试验结束后,立即取出试样筒,检查一下试样是否遮断过光束,如有误触发,应废除这一结果重新试验。

11.9 取出脂杯,稍加热,使脂杯与钢球分离,一起放入洗油或二甲苯瓶中,浸泡 5 min~ 10 min,取出用棉花擦净。

12 试验报告

按数字显示窗所示的温度报告,准确至 0.1°C 。

13 精密度

重复性 r : 不大于 0.5°C 。

14 仲裁

以方法 A 作为仲裁法。
