ICS 75.140
G 18

中华人民共和国国家标准

GB/T 2294—1997

焦化固体类产品软化点测定方法

Solid products of coal carbonization
—Determination of softening point

1997-03-17发布　　1997-09-01实施

国家技术监督局　发布

需要全本请访问 www.ertongbook.com

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
—Determina tion 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。

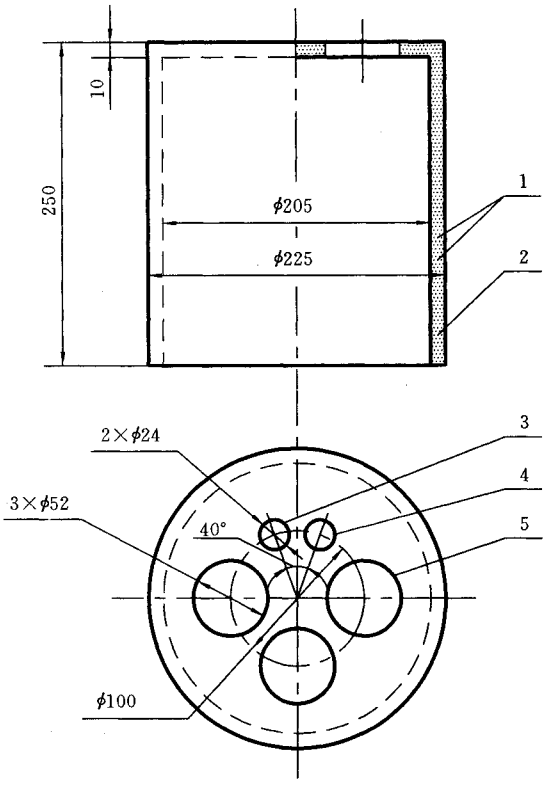
3.3.1.4 玻璃温度计：0～250℃，分格值 1℃。

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。

国家技术监督局1997-03-17批准　　1997-09-01实施

需要全本请访问 www.ertongbook.com



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。

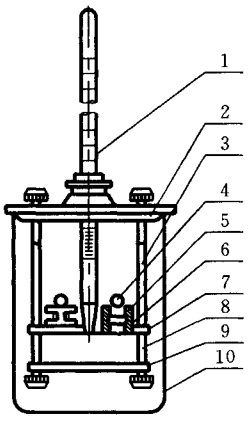
钢球:直径 9.53 mm,质量 3.50±0.05 g。

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

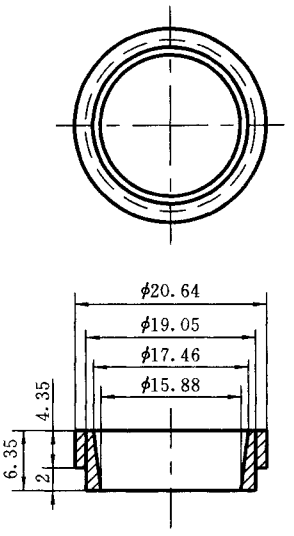


图 3

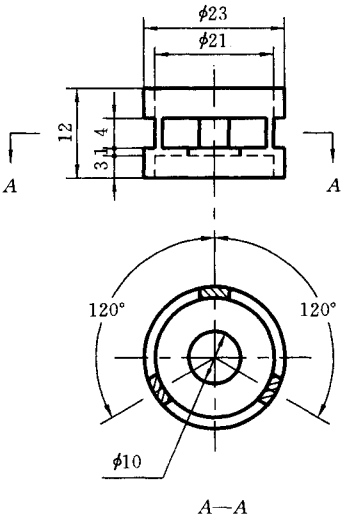


图 4

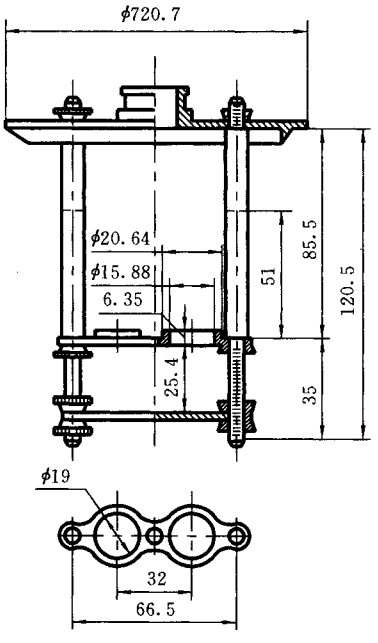


图 5

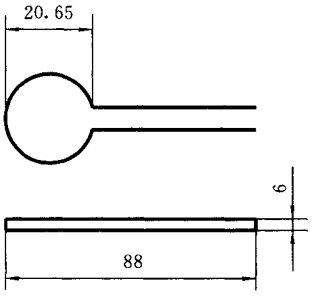


图 6

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℃～100℃，50℃～150℃，分格值 0.2℃。

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，任何都分不应附有气泡，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 ϕ9.9 mm，落孔 ϕ6.35 mm，杯底半径为 4.6±0.1 mm；标定用，内孔 ϕ9.9 mm 落孔 ϕ2.8 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。

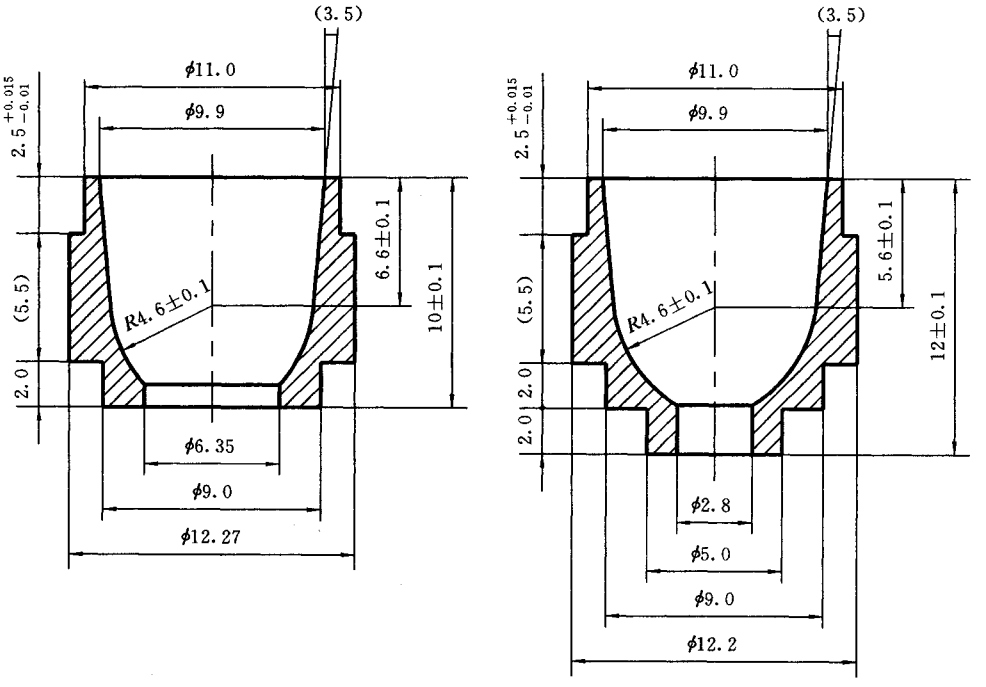


图 7 脂杯

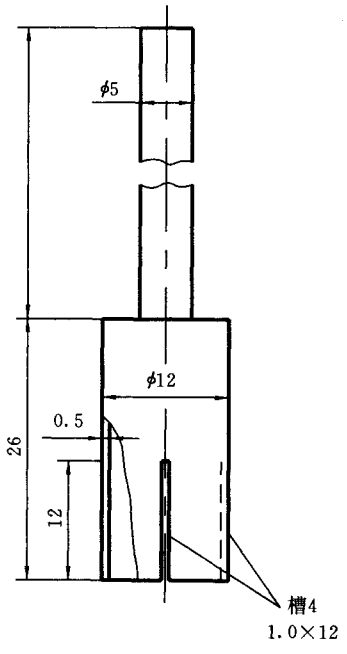


图 8 夹头

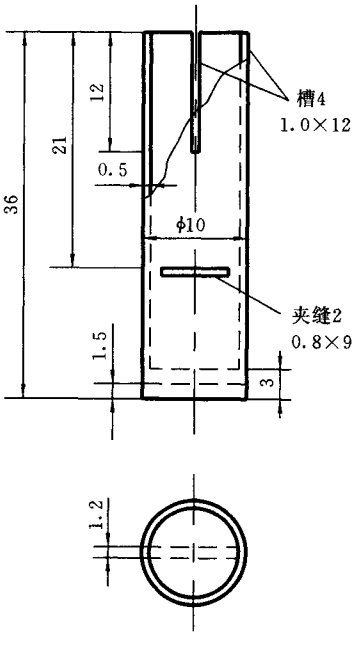


图 9 狭缝套

需要全本请访问 www.ertongbook.com

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 ϕ2.8 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℃，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℃/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±0.5℃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℃，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℃/min。

11.5 根据试样的软化点，设定“起始温度”为低于软化点 15℃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℃。

13 精密度

重复性 r：不大于 0.5℃。

14 仲裁

以方法 A 作为仲裁法。

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
*
中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045
电　　话:68522112
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行　各地新华书店经售
版权专有　不得翻印
*
开本 880×1230　1/16　印张 3/4　字数 15 千字
1997年10月第一版　1998年3月第二次印刷
印数 601—2 100
*
书号:155066·1-14119　定价10.00元
*
标 目 320—25

GB/T 2294-1997