



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 2294—2019  
代替 GB/T 2294—1997

---

## 焦化固体类产品软化点测定方法

Determination of softening point in solid products of coal carbonization

2019-08-30 发布

2020-03-01 实施

国家市场监督管理总局  
中国国家标准化管理委员会 发布

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 2294—1997《焦化固体类产品软化点测定方法》，本标准与 GB/T 2294—1997 相比，主要技术变化如下：

- 修改了熔样工具(见 3.3.1.4, 1997 年版的 3.3.1.3)；
- 增加了熔样操作控制表(见 3.3.3)；
- 增加了低温恒温槽(见 4.2.1.8)；
- 增加了全自动环球法软化点测定仪主要技术参数(见 4.2.1.9)；
- 修改了试剂, 将“凡士林”、“甘油”改为“丙三醇”(见 4.2.2, 1997 年版的 5.2)；
- 增加了试样制备铜环的要求(见 4.3.1.4)；
- 增加环球法中试样软化下垂距离测量的要求(见 4.3.1.5)；
- 增加环球法中钢球称重的要求(见 4.3.1.6)；
- 将“两环试样软化点超过 1℃时, 应重做试验”中的 1℃改为 0.8℃(见 4.3.1.9, 1997 年版的 6.6)；
- 增加了环球法手动分析检测的计算公式(见 4.3.1.10)；
- 增加了环球法自动仪器法(见 4.3.2)；
- 修改了不同软化点试样检测操作表(见 4.3.3, 1997 年版的 6.7)；
- 环球法重现性由 1.5℃调整为 1.2℃(见 4.4.1, 1997 年版的 7.1)；
- 苯甲酸纯度改为基准试剂(见 5.2.2.1, 1997 年版的 9.2.1)；
- 修改了试剂, 将“二甲苯或洗油”改为“二甲苯”, 并修改了纯度(见 5.2.2.2, 1997 年版的 9.2.2)；
- 修改了试剂, 将“凡士林”改为“丙三醇”(见 5.2.2.3, 1997 年版的 9.2.3)；
- 增加了杯球仪定期计量校准的要求(见 5.4.10)；
- 修改了试验结果的内容(见第 6 章, 1997 年版的第 12 章)。

本标准由中国钢铁工业协会提出。

本标准由全国煤化工标准化技术委员会(SAC/TC 469)归口。

本标准起草单位: 内蒙古包钢钢联股份有限公司、江苏沙钢集团有限公司、中国平煤神马集团开封炭素有限公司、山东晨阳新型碳材料股份有限公司、冶金工业信息标准研究院。

本标准主要起草人: 江鑫、李晓灵、边海军、张彤山、付利俊、吴明明、郑景须、陈影、钱如刚、白新革、吕红兵、张胜恩、周浩、于益如、闫萍、王庆刚。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 2294—1980、GB/T 2294—1997；
- GB/T 8728—1988。

## 焦化固体类产品软化点测定方法

**警示——**使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。本标准使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证国家有关法规所要求的条件。试验操作时检测人员要戴防毒口罩、防护眼镜和防护手套,并在强制通风橱中完成检测工作。

### 1 范围

本标准规定了焦化固体类产品煤沥青、固体古马隆一茛树脂软化点测定的原理、仪器、试验步骤、试验结果、允许偏差、试验报告和仲裁。

本标准适用于焦化固体类产品煤沥青、固体古马隆一茛树脂软化点的测定。

### 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 2000 焦化固体类产品取样方法

GB/T 2291 煤沥青实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/T 2000 的规定进行。

#### 3.2 试样的制备

按 GB/T 2291 的规定进行。

#### 3.3 熔样

##### 3.3.1 仪器

3.3.1.1 空气浴器:用白铁皮制成,直径 180 mm,高 110 mm,上面开有直径 52 mm 的孔 1 个~3 个和直径 24 mm 的孔 2 个,见图 1 所示。温度控制仪:室温~300 ℃,其探头插入空气浴中的深度应与熔样勺底部齐平。

3.3.1.2 熔样勺:容积 50 mL。

3.3.1.3 坩埚:50 mm。

3.3.1.4 加热器:可控温封闭电炉、电热板或煤气灯;

油浴锅:可控温度,室温~300 ℃;

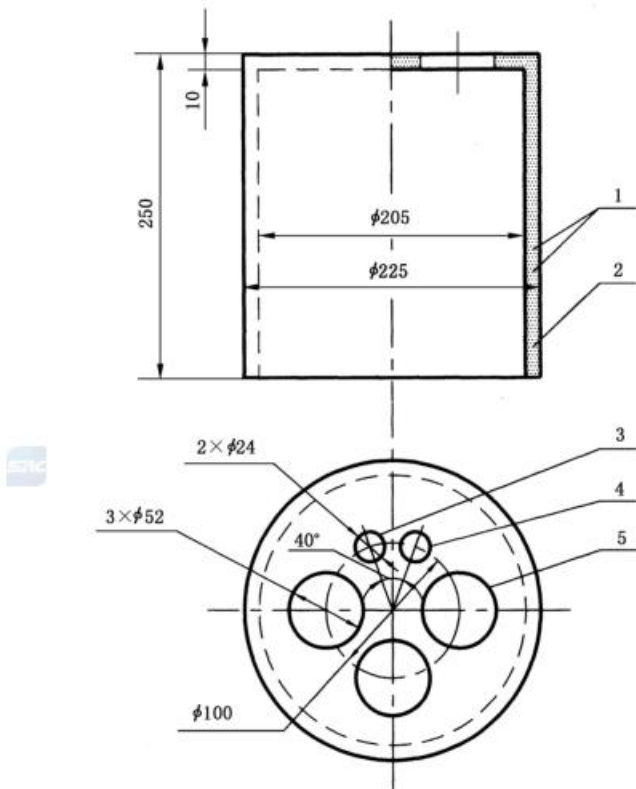
水浴锅:可控温度,室温~100 ℃。

3.3.1.5 玻璃温度计:0 ℃~250 ℃,分度值 1 ℃。

3.3.2 熔样操作要求

取干燥试样约 10 g 置于熔样勺或坩埚中,在空气浴、油浴或水浴中使试样熔化,并不时搅拌,赶走试样中的空气泡。熔样温度及时间控制按照表 1 中规定进行。

单位为毫米



- 说明:
- 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 空气浴器

表 1 熔样操作控制表

| 项目   | 软化点温度范围          |                                                                   |                                                         |
|------|------------------|-------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------|
|      | <75 ℃            | 75 ℃~95 ℃                                                         | >95 ℃                                                   |
| 规定溶液 | 5 ℃水             | 丙三醇+水溶液,密度为 1.12 g/cm <sup>3</sup> ~1.14 g/cm <sup>3</sup> (20 ℃) | 丙三醇,密度为 1.261 g/cm <sup>3</sup> (20 ℃)                  |
| 熔样温度 | 在 70 ℃~80 ℃水浴上加热 | 在 150 ℃~170 ℃空气浴或油浴上加热                                            | 在 180 ℃~210 ℃空气浴或油浴上加热至试样恰好熔化且不明显冒烟,控制保持时间在 10 min 之内为宜 |

4 环球法

4.1 原理

一定体积的试样,在一定重量的负荷下以规定升温要求速度加热,试样软化下垂至一定距离时的温度,即为软化点。

4.2 仪器与试剂

4.2.1 仪器

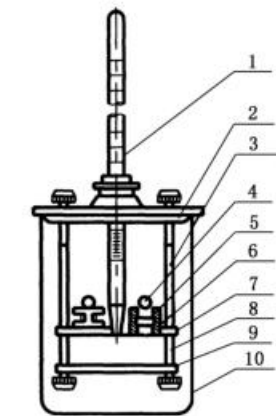
4.2.1.1 软化点测定仪:如图 2 所示由下列附件组合而成:

- 钢球:直径 9.53 mm,质量 $(3.50 \pm 0.05)$ g。
- 铜环:如图 3 所示。
- 钢球定位器:如图 4 所示。

单位为毫米

单位为毫米

单位为毫米



- 说明:
- 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 软化点测定仪

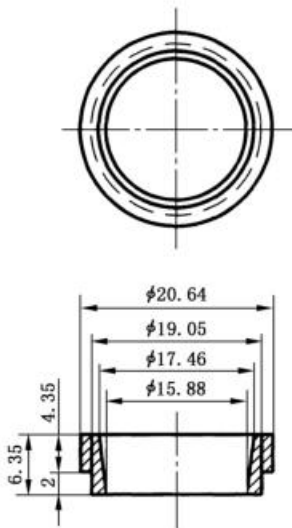


图 3 铜环

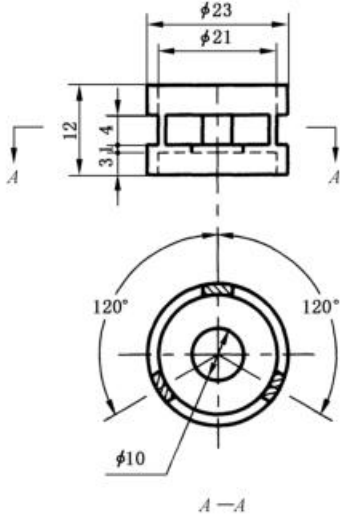


图 4 钢球定位器

4.2.1.2 金属架,其形状、尺寸如图 5 所示。其装置是由两根竖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,中间小孔支撑温度计的水银球,距环上面 51 mm 处竖杆上刻有油高标记,底层的上面距中层铜环的底面为 25.4 mm。

单位为毫米

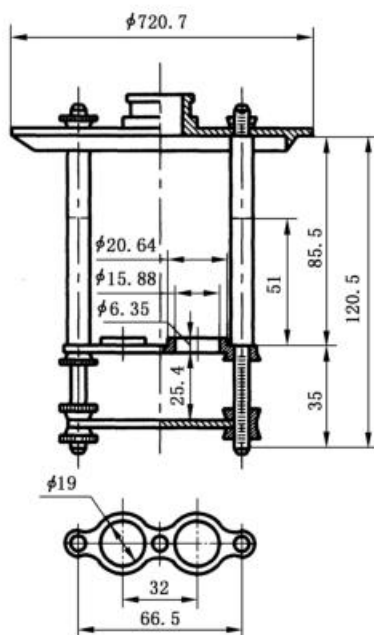


图5 金属架

4.2.1.3 环型夹:由薄钢条制成,其形状尺寸如图6所示。

单位为毫米

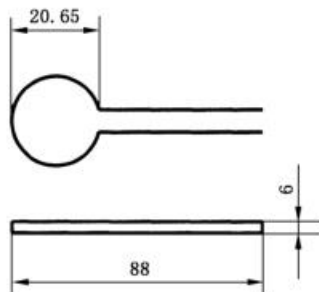


图6 环型夹

4.2.1.4 玻璃烧杯:容积 800 mL,直径 105 mm,高 135 mm。

4.2.1.5 温度计:温度范围 0 °C~100 °C,50 °C~150 °C,分度值 0.2 °C。

4.2.1.6 金属板:表面光滑洁净。

4.2.1.7 刮刀。

4.2.1.8 低温恒温槽。

4.2.1.9 全自动软化点测定仪。主要技术参数:测温范围-5 °C~180 °C;测温精度 0.2 °C;升温精度:3 min 后升温速度控制在 $(5 \pm 0.2)^\circ\text{C}/\text{min}$ ;下降垂直距离为 25.4 mm。

## 4.2.2 试剂

丙三醇  $\rho = 1.261 \text{ g/cm}^3 (20^\circ\text{C})$

### 4.3 试验步骤

#### 4.3.1 手动测定法

4.3.1.1 依照 3.3 规定的方法熔好待测试样。

4.3.1.2 测量铜环关键尺寸,使其满足图 3 所示要求。

4.3.1.3 铜环稍热,置于涂有丙三醇且温度适当的热金属板上,立即将熔好的试样均匀地倒入铜环中,至稍高出铜环上边缘为止。

4.3.1.4 待铜环冷却至室温,用环型夹夹住铜环,用温热刮刀刮去铜环上多余的试样,刮割铜环时要使刀面与环面齐平。低温煤沥青需要把装有试样的铜环连同金属板一并置于 5℃ 水浴中,冷却 5 min,取出刮平后,再放入 5℃ 水浴中冷却 20 min。铜环内试样上、下面不能出现凹口或气孔,要保证试样上、下面与铜环平齐,否则需重新制备试样铜环。

4.3.1.5 测量调整软化点测定仪金属架底层的上面距中层铜环的底面距离准确至 25.4 mm。

4.3.1.6 称量钢球质量,其质量应满足  $(3.50 \pm 0.05)$  g 的规定要求,不满足此要求的钢球不能使用。

4.3.1.7 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,任何构件组成部分均不应附着有气泡,然后将温度计插入中层板的中间圆孔中,使水银球下端与铜环的下面齐平。

4.3.1.8 将烧杯置于可控温封闭电炉或电热板上,依照表 2 中规定的起始温度和升温速度开始均匀升温加热,超过或低于规定升温速度,该试验作废。

4.3.1.9 当试样软化下垂,刚刚接触金属架底层板时立即读取温度计的温度,取两环试样软化温度的算术平均值,作为试样的软化点检测观察温度,试样软化点温度依照式(1)计算。若两环试样软化点超过 0.8℃ 时,应重做试验。

$$t = t_0 + t_1 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$t$  —— 试样软化点,单位为摄氏度(℃);

$t_1$  —— 检测观察温度,单位为摄氏度(℃);

$t_0$  —— 温度计补正值,单位为摄氏度(℃)。

#### 4.3.2 自动仪器法

4.3.2.1 依照 3.3 规定的方法熔好待测试样。

4.3.2.2 检测试样时,依据全自动软化点测定仪的仪器说明书(不同仪器制造商操作步骤略有差异)操作,完成检测过程。

4.3.2.3 读记仪器检测结果。

4.3.2.4 实验室购置全自动软化点测定仪首次使用时,应做自动仪器法和手动仪器法两种检测方法的显著性差异评价,以保证检测数据的准确。

4.3.2.5 实验室使用自动仪器法应定期与手动仪器法做对照试验,确保数据准确。

#### 4.3.3 不同软化点试样检测操作

不同软化点的试样操作按照表 2 规定进行。

表 2 不同软化点试样检测操作表

| 项目   | 软化点温度范围              |                                                                   |                                        |
|------|----------------------|-------------------------------------------------------------------|----------------------------------------|
|      | <75 ℃                | 75 ℃~95 ℃                                                         | >95 ℃                                  |
| 规定溶液 | 5 ℃水                 | 丙三醇+水溶液,密度为 1.12 g/cm <sup>3</sup> ~1.14 g/cm <sup>3</sup> (20 ℃) | 丙三醇,密度为 1.261 g/cm <sup>3</sup> (20 ℃) |
| 升温速度 | 开始升温时,保持(5±0.2)℃/min | 当溶液温度达 45 ℃时,保持(5±0.2)℃/min                                       | 当溶液温度达 70 ℃时,保持(5±0.2)℃/min            |

#### 4.4 允许偏差

4.4.1 重现性  $r$ : 不大于 1.2 ℃。

4.4.2 再现性  $R$ : 不大于 2.5 ℃。

### 5 杯球法

#### 5.1 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,当试样以规定线性速率升温时,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。

#### 5.2 仪器与试剂

##### 5.2.1 仪器

5.2.1.1 滴点、软化点测定仪(以下简称杯球仪:测量温度最小显示值 0.1 ℃,炉温精度±0.5 ℃)主要部分包括:

- 脂杯:测软化点用,内孔 9.9 mm,落孔 6.35 mm,杯底半径为(4.6±0.1)mm;标定用,内孔 9.9 mm,落孔 2.8 mm,杯底半径为(4.6±0.1)mm。如图 7 所示。
- 钢球:直径 9.53 mm,质量(3.50±0.05)g。
- 装样棒。
- 夹头,如图 8 所示。
- 狭缝套,如图 9 所示。

5.2.1.2 刮刀。

5.2.1.3 金属板:表面光滑洁净。

##### 5.2.2 试剂

5.2.2.1 苯甲酸:基准试剂。

5.2.2.2 二甲苯:分析纯或化学纯。

5.2.2.3 丙三醇  $\rho=1.261$  g/cm<sup>3</sup>(20 ℃)。



单位为毫米

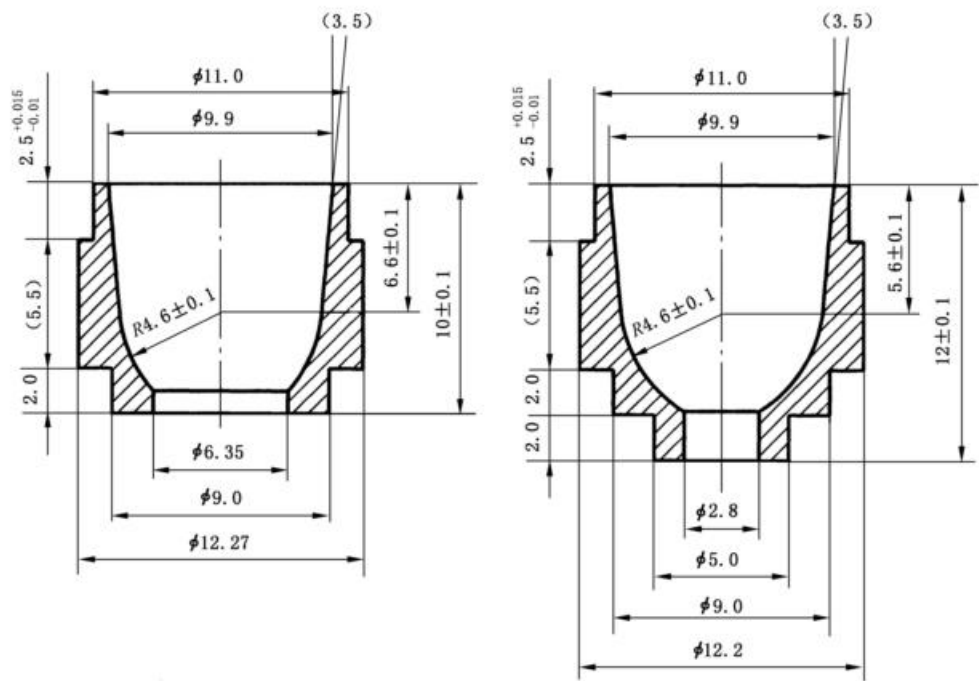


图 7 脂杯

单位为毫米

单位为毫米

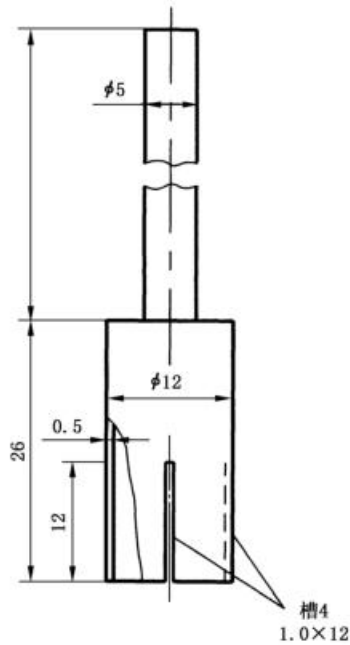


图 8 夹头

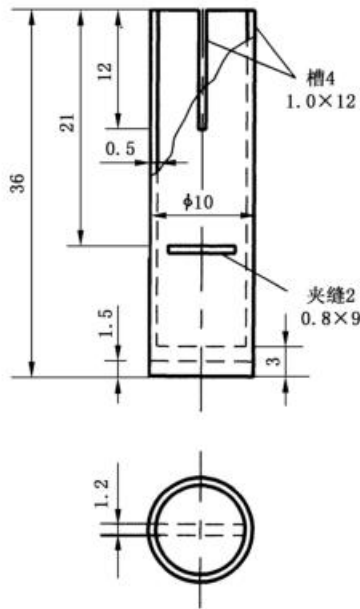


图 9 狭缝套

### 5.3 杯球仪的标定

5.3.1 将脂杯（底孔为 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过程，可使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。

5.3.2 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，使狭缝套底部卡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 °C/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。

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

5.3.4 测得滴点在  $(123.5 \pm 0.5)$  °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。

### 5.4 试验步骤

5.4.1 依照 3.3 规定的方法熔好待测试样。

5.4.2 使脂杯稍热，置于涂有丙三醇且适当温度的热金属板上，立即将熔好的试样均匀地倒入脂杯中，至稍高出脂杯的上边缘为止。

5.4.3 待脂杯冷却至室温，用温热的刮刀刮去高出脂杯上多余的试样，刮割时要使刀面与杯面齐平，刮至使试样与杯顶部平齐。脂杯底部与杯面出现凹口或不平齐，该脂杯试样作废，需重新制备。

5.4.4 依照仪器使用操作说明书规定的操作步骤，正确设定操作步骤并遵照操作说明书规定要求正确使用。煤沥青选择线性升温速率为 2 °C/min，设定“起始温度”低于软化点 15 °C 左右。

5.4.5 在装有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，狭缝套底部卡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。

5.4.6 依照设定的仪器使用操作步骤正确启动并操作仪器。

5.4.7 读记数字显示窗所示的温度报告，准确至 0.1 °C。

5.4.8 检测试验结束后，立即取出试样筒，检查试样是否遮断过光束，如有误触发，应废除本次检测结果，重新进行检测试验。

5.4.9 取出脂杯，稍加热，使脂杯与钢球分离，一同放入二甲苯瓶中，浸泡 5 min~10 min，取出后用纱布或脱脂棉擦拭干净。

5.4.10 杯球仪的重要尺寸要定期校准，以保证其相关尺寸的精准，确保检测试样的准确。

### 5.5 允许偏差

重复性  $r$ ：不大于 0.5 °C。

## 6 试验结果

取重复测定结果的算术平均值作为试样的测定结果。

## 7 仲裁方法

以环球法中手动测定法作为仲裁方法。

---