

影响煤沥青软化点测定重现性因素的分析

徐增芹, 王华兰

(济南钢铁集团总公司, 山东 济南 250101)

摘要: 用电热包加热的方式, 熔样勺底部温度保持在170~180℃之间, 测定结果稳定、重现性好。同时指出, 测试人员应加强调试和检测以确保检验标准要求的(5±0.2)℃/min的升温速度和1.12~1.14g/mL的甘油密度。

关键词: 煤沥青软化点; 重现性; 熔样温度; 甘油密度

中图分类号: T Q533.2 文献标识码: B 文章编号: 1004 4620(2002)06-0058-02

Analysis of Influence Factors on Reproducibility of Coal Tar Pitches Soften Point Determination

XU Zeng-qin, WANG Hua-lan

(Jinan Iron and Steel Group, Jinan 250101, China)

Abstract: When coal tar pitch soften point was tested on GB/T2294-1997, the stability and the reproducibility of the results was poor. So, the influence of the sample melting temperature, temperature rising rate and the glycerol density is analyzed. The results show that with electro thermal container heating, the bottom temperature of the sample melting container is between 170~180℃, the determining values are stable and the reproducibility is good. At the same time, it is pointed out that the operator should enhance regulation and examination in test to ensure (5±0.2)℃/min for the temperature rising rate and 1.12~1.14g/mL for the glycerol density by the standard demand.

Key words: coal tar pitch soften point; reproducibility; sample melting temperature; glycerol density

济南钢铁集团总公司(简称济钢)一直依据GB/T2294-1997进行煤沥青软化点的测定。存在测定结果不稳定, 重现性不好的问题, 在化验抽查中多次超差, 并因此发生过质量异议。为此, 试验并总结了影响煤沥青软化点测定结果稳定性的因素, 并探讨了其影响机理, 改进了测定方法, 测定结果获得了较好的重现性。

1 试验条件

1.1 主要仪器

沥青软化点测定仪; 温度计: 50~150℃, 0~100℃, 分刻度0.2℃; 煤气灯; 可缓慢调整功率的电热包。

1.2 试验方法

取小于3mL的干燥煤沥青试样约25g, 置于熔样勺中, 在170~180℃空气浴上加热, 使试样熔化。将熔好的煤沥青快速倒入稍热的铜环中, 铸环。将铸好的铜环装在沥青软化点测定仪上, 加热溶液。试验中, 根据

测量并计算的升温速度不断调整煤气灯火焰大小, 以确保升温速度控制在 $(5 \pm 0.2) ^\circ\text{C}/\text{min}$ 。当试样软化下垂, 刚接触金属架底板时, 立即读取温度计温度。取两环试样软化温度的平均值, 作为试样的软化点。本试验方法国标允许差: 1.5°C 。

2 试验结果与分析

2.1 熔样温度的影响

对298批煤沥青分别在煤气灯上加热和在 $170\sim 180^\circ\text{C}$ 电炉上熔样进行对比, 结果如表1所示。

表1 煤气灯加热与电热包加热熔样的结果对比

仪器	熔样勺底部温度/ $^\circ\text{C}$	平行分析结果/ $^\circ\text{C}$	平均值/ $^\circ\text{C}$	相对标准偏差/%	现象备注
煤气灯	120~210	93.5, 95.6, 94.7, 92.9, 95.1	94.4	1.2	不稳定黄烟
电热包	170~180	92.4, 92.0, 91.6, 91.9, 92.1	92.0	0.3	稳定轻微白烟

试验结果表明, 用煤气灯加热熔样, 火大小难以控制, 且受风影响较大, 熔样勺底部温度波动大, 高温达 210°C , 致使低沸点组分挥发, 冒不稳定黄烟, 测定结果普遍偏高, 且重现性不好。而用可缓慢调整功率的电热包加热, 受外界因素影响小, 熔样勺底部温度保持在 $170\sim 180^\circ\text{C}$ 之间, 测定结果稳定, 重现性好。

2.2 升温速度的影响

按GB/T2294-1997的要求, 铸好的铜环放在甘油浴中用煤气灯加热升温, 从 45°C 开始, 升温速度必须保持 $(5 \pm 0.2) ^\circ\text{C}/\text{min}$, 否则此次试验作废。化验员一般据经验将煤气灯火焰调到一定大小, 在 45°C 左右测一下, 升温速度达到 $(5 \pm 0.2) ^\circ\text{C}/\text{min}$, 此后一直到试验结束不再测温也不调整火焰大小。煤气灯火焰一定时, 甘油浴升温速度的情况见表2。

表2 煤气灯火焰一定时, 甘油浴的升温速度情况

甘油浴温度/ $^\circ\text{C}$	40~45	46~51	53~58	60~65	68~73
升 5°C 所需的时间/s	58	60	63	68	72
升温速度/ $^\circ\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$	5.2	5.0	4.8	4.4	4.2

试验结果表明, 在煤气灯火焰一定时, 随温度升高, 甘油浴与环境温差越来越大, 散热也越来越快, 致使升温速度越来越小。

2.3 甘油密度的影响

配制不同密度的甘油水溶液, 在其它条件相同的情况下, 用沥青试样做软化点试验, 结果见表3。

表3 甘油溶液密度对软化点的影响

甘油密度/ $\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$	1.002	1.103	1.124	1.137	1.151	1.160
287批试样软化点/ $^\circ\text{C}$	81.2	82.5	84.1	85.6	87.2	88.9
295批试样软化点/ $^\circ\text{C}$	75.6	76.4	78.5	79.6	82.1	83.5
298批试样软化点/ $^\circ\text{C}$	88.9	89.6	91.5	92.8	94.5	95.7

从表3可以看出, 随甘油密度升高, 测定结果也越来越高。几次试验后, 甘油溶液中水分不断蒸发, 使甘油密度变大, 对试样阻力增大, 致使沥青软化点升高。

将影响煤沥青软化点的因素在操作中注意克服纠正后, 试样分析获得了较好的重现性。对287、295和298批煤沥青试样做平行分析的结果见表4。

表4 纠正影响因素后分析煤沥青软化点所得结果

样品名称	测定结果/℃	平均值/℃	相对标准偏差/%
287批煤沥青	85.1, 84.8, 85.7, 85.3, 84.9	85.2	0.36
295批煤沥青	79.6, 78.7, 79.3, 79.0, 79.5	79.2	0.47
298批煤沥青	91.9, 92.4, 92.5, 91.6, 92.9	92.3	0.50

3 结 论

- 3.1 熔样时, 采用可缓慢调整功率的电热包代替煤气灯加热, 确保熔样勺底部温度在170~180℃。
- 3.2 甘油浴升温过程中, 随温度升高, 化验员需随时监测升温速度, 不断调整煤气灯火焰大小, 才能保持(5±0.2)℃/min的升温速度。
- 3.3 化验员在开始试验之前, 必须检测甘油密度, 确保其符合GB/T2294-1997的要求, 在1.12~1.14g/mL之间。

[返回上页](#)