

YB

中华人民共和国黑色冶金行业标准

YB/T ××××—××××

焦化产品正庚烷不溶物含量的测定

Determination of heptane insolubles content for coking products

(报批稿)

××××—××—××发布

××××—××—××实施

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国钢铁工业协会提出。

本文件由全国钢标准化技术委员会（SAC/TC 183）归口。

本文件起草单位：宝武炭材料科技有限公司、山东晨阳新型碳材料股份有限公司、宝武炭材料科技有限公司梅山分公司、冶金工业信息标准研究院、鞍山市科翔仪器仪表有限公司、宁波海关技术中心。
本文件主要起草人：苏鸿、章真杰、曹祥瑞、马元想、闫桂林、闫萍、华伏利、杜亚平、程亚平、祁秀梅、张丽丽、郑景须、曹国洲。

焦化产品正庚烷不溶物含量的测定

警示——使用本文件的人员应有正规实验室的工作经验。本文件并未指出所有可能的安全问题，使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本文件规定了焦化产品正庚烷不溶物含量测定试剂材料、仪器设备、试验步骤、数据处理、允许差等。

本文件适用于炭黑用焦化原料油、煤焦油、煤沥青等焦化产品中正庚烷不溶物含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 1999 焦化油类产品取样方法
- 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
- GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

试样于索氏抽提器内用正庚烷加热回流萃取，干燥并称量不溶物，计算其质量分数。

5 试剂或材料

- 5.1 正庚烷：分析纯。
- 5.2 石英砂：分析纯，粒度 0.2 mm~0.4 mm。
- 5.3 定量滤纸：慢速，直径 125 mm、150 mm。

6 仪器设备

- 6.1 索氏抽提器：见图 1。

6.8 量筒：100 mL。

6.9 试管：高 170 mm，外径 25 mm，用于折叠滤纸筒。

6.10 玻璃棒。

7 样品

7.1 炭黑用焦化原料油、煤焦油按照 GB/T 1999 的规定采集样品。

7.2 煤沥青按照 GB/T 2000 的规定采集样品，按照 GB/T 2291 的规定制备粒度为 0.15 mm~0.25 mm 的干燥试样。

8 准备工作

8.1 石英砂处理：将石英砂用水洗净、干燥，筛取粒度 0.2 mm~0.4 mm，于正庚烷中浸泡 24 h 后取出、晾干，在 115 °C~120 °C 干燥箱中干燥后备用。

8.2 滤纸筒制作：将外层直径 150 mm 和内层直径 125 mm 的滤纸折叠成直径约 25 mm 的双层滤纸筒，在正庚烷中浸泡 24 h 后取出、晾干，在 115 °C~120 °C 干燥箱中干燥后备用。

8.3 滤纸筒准备：称取约 10 g 石英砂（见 8.1）于滤纸筒（见 8.2）内，置于称量瓶中，在 115 °C~120 °C 干燥箱中干燥至恒重（两次称量，质量差不超过 0.001 g），记为 m_1 。

9 试验步骤

9.1 测定炭黑用焦化原料油、煤焦油的正庚烷不溶物时，称取 (0.5 ± 0.1) g 炭黑用焦化原料油或 (1.0 ± 0.1) g 煤焦油（精确到 0.000 1 g）于滤纸筒（见 8.3）中，将滤纸筒置于装有 30 mL 正庚烷的 50 mL 烧杯中，待正庚烷渗入滤纸筒后，用玻璃棒将试样与石英砂充分搅拌混匀。取出滤纸筒，并用滤纸筒内壁将玻璃棒擦拭干净。

9.2 测定煤沥青的正庚烷不溶物时，称取 (0.2 ± 0.05) g（精确到 0.000 1 g）试样于滤纸筒（见 8.3）中，用玻璃棒将试样与石英砂充分搅拌混匀，并用滤纸筒内壁将玻璃棒擦拭干净。

9.3 将装有 100 mL 正庚烷的平底烧瓶置于电热套内，抽提筒连接到平底烧瓶上，滤纸筒置于抽提筒内，使滤纸筒上缘高出回流管 20 mm，沿滤纸筒内壁加入 30 mL 正庚烷。

9.4 将挂有引流铁丝的冷凝器连接到抽提筒上，接通冷却水。

9.5 接通电热套电源，加热平底烧瓶，控制正庚烷回流萃取的速度为 1 min/次~1.5 min/次。当滤纸筒呈白色或淡黄色，抽提筒内萃取液澄清时，断开电热套电源（回流萃取时间一般不低于 2 h）。

9.6 稍冷，取出滤纸筒置于原称量瓶中，不加盖放在通风柜内，待正庚烷挥发后，将称量瓶及盖一起放入 115 °C~120 °C 干燥箱中干燥 2 h。称量瓶加盖后，取出置于干燥器中，冷却至室温称量，再干燥 0.5 h 进行恒重检查，直至连续 2 次质量差不超过 0.001 g，记为 m_2 。

10 试验数据处理

10.1 正庚烷不溶物的含量以质量分数 w_{HI} 计，数值以%表示，煤焦油正庚烷不溶物含量按公式（1）计算，其它焦化产品正庚烷不溶物含量按公式（2）计算。

$$w_{\text{HI}} = \frac{m_2 - m_1}{m} \times \frac{100}{100 - M} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

$$w_{\text{HI}} = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

m_2 ——称量瓶和滤纸筒（包括石英砂）、正庚烷不溶物恒重后的总质量，单位为克（g）；

m_1 ——称量瓶和滤纸筒（包括石英砂）恒重后的的质量，单位为克（g）；

m ——试样质量，单位为克（g）；

M ——煤焦油中水分的质量分数，单位为百分之（%）。

10.2 计算结果按 GB/T 8170 修约，精确到 0.1%。

11 允许差

在重复性条件下，两次平行试验结果的绝对差值应不大于1.5%。

12 试验报告

试验报告应至少包含下列信息：

- a) 识别样品、实验室和分析日期等资料；
- b) 执行标准（包括发布或出版年号）；
- c) 遵守本文件规定的程度；
- d) 分析结果及其表示；
- e) 测定中观察到的异常现象；
- f) 本文件未规定的操作，或任何可能影响结果的操作。