

YB

中华人民共和国黑色冶金行业标准

YB/T XXXX—XXXX

煤沥青热失重测定方法

Coal tar pitch test method for thermal weight loss

(报批稿)

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本文件按照GB/T1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》给出的规则起草。

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/TC183）归口。

本文件起草单位：吉林炭素有限公司、山西晋能集团大同能源发展有限公司炭素分公司、冶金工业信息标准研究院。

本文件主要起草人：王晶、姚禄广、王成华、王晓远、王国军、张杰、姜彦明、景海斌、朱海哲、崔国伟、张松威。

煤沥青热失重测定方法

1 范围

本文件规定了煤沥青热失重试验原理、仪器和设备、试样制备、试验步骤、试验结果等。本文件适用于以煤沥青为粘结剂的生制品的热失重试验方法。

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 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

热失重 thermal weightlessness

在隔绝空气的条件下，通过对物质加热，使物质逐渐挥发、分解，测量其随温度升高的质量变化。

4 原理

在隔绝空气情况下，将一定质量的试样在一定升温速率和气氛下，测量试样的质量变化与时间和时间的关系。

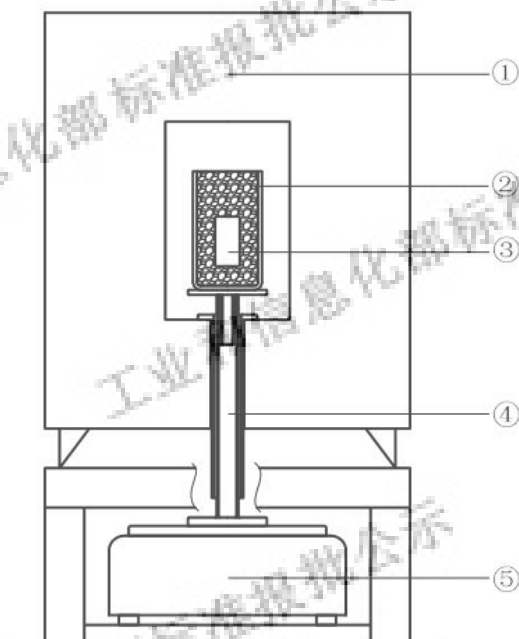
5 仪器和设备

5.1 热失重测试仪：示意图见图 1。

5.1.1 控制柜：配有电压调整器，可进行温度曲线设定。

5.1.2 高温炉：后壁有可插入热电偶和通风的小孔。炉膛参考尺寸为宽深高 $(130 \pm 20) \text{ mm} \times (340 \pm 40) \text{ mm} \times (200 \pm 20) \text{ mm}$ ，在炉膛底部中心位置有一个钻通的孔，用于通过连接支架。

5.1.3 连接支架：支撑刚玉坩埚连接在天平秤盘中心。



标引序号说明：

- 1- 高温炉；
- 2- 刚玉坩埚；
- 3- 试样；
- 4- 连接支架
- 5- 电子天平；

图 1 热失重测试仪示意图

- 5.2 刚玉坩埚：99%氧化铝圆柱形坩埚，尺寸为（ $\Phi 70 \times 120$ ）mm。
- 5.3 分析天平：量程（1000~3000）克，感量为0.01g。
- 5.4 高温炉：可控制（ 850 ± 10 ） $^{\circ}\text{C}$ 。
- 5.5 干燥箱。
- 5.6 干燥器：内装干燥剂。
- 5.7 石英砂：粒度为（0.5~2）mm。

6 试样制备

6.1 填充料和坩埚预处理

将石英砂和刚玉坩埚在（ 850 ± 10 ） $^{\circ}\text{C}$ 条件下灼烧至恒重后，放入干燥器中冷却至室温。

6.2 试样制备

煤沥青为粘结剂的生制品宜加工成尺寸为（ $\Phi 20 \times 40$ ）mm 的试样。

7 试验步骤

7.1 称量加工合格的试样质量，作为原始试样重并记录。同时根据沥青用量比例计算出试验开始时的煤沥青质量 m_0 。

7.2 使用恒重的石英砂做填充料，刚玉坩埚内铺约 20mm 厚度填充料，将制备好的试样放入中间位置，然后将刚玉坩埚内加满填充料，记录此时质量 m_1 。

7.3 将支架依次连接放在天平称盘中心，将带有试样及填充料的刚玉坩埚小心放在支架上，使刚玉坩埚底部中心点和支架垂直于电子天平称盘中心。

7.4 调节控制仪表，设定升温曲线。要求 1 小时内升温到 200℃，此时通入保护气体，然后恒温 30min。最后按照表格 1 规定的升温速率曲线升温到 600℃。

表 1 升温速率曲线

序号	温度区间 ℃	升温速率 ℃/分钟
1	200~400	3
2	400~500	2
3	500~600	1.5

7.5 每 5 分钟读取电子天平数值，并记录此时质量 m_i 。该试验可利用智能无纸记录仪采集传输数据，记录时间、温度和质量，读取数据的时间间隔为 1min。

7.6 根据煤沥青不同温度区间逸出的挥发分质量变化制定相应的单位温差失重速率曲线。

8 试验结果

8.1 指定温度下煤沥青热失重值按式（1）进行计算。

$$m = m_i - m_1 \dots\dots\dots (1)$$

式中：

m ——指定温度下煤沥青热失重质量，单位为克（g）；

m_1 ——带有填充料及试样的刚玉坩埚质重，单位为克（g）；

m_i ——指定温度下电子天平数值，单位为克（g）。

8.2 指定温度下煤沥青单位温差热失重率按式（2）进行计算。

$$\Delta m = \frac{m_i - m_1}{m_0} / \Delta t \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

Δm ——指定温度下煤沥青单位温差热失重率，单位为质量分数每度（%/℃）；

m_0 ——试验开始时煤沥青质量，单位为克（g）；

m_1 ——带有填充料及试样的刚玉坩埚质重，单位为克（g）；

m_i ——指定温度下电子天平数值，单位为克（g）；

Δt ——指定温度与上一温度之差，以摄氏度表示（℃）。

8.3 600℃时煤沥青平均单位温差总失重率按式（3）进行计算

$$\Delta M = \frac{m_{600} - m_1}{m_0} / \Delta T \times 100\% \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中：

ΔM ——600℃时煤沥青平均单位温差总失重率，单位为质量分数每度（%/℃）；

m_0 ——试验开始时煤沥青质量，单位为克（g）；

m_1 ——带有填充料及试样的刚玉坩埚质量，单位为克（g）；

m_{600} ——600℃时电子天平数值，单位为克（g）；

ΔT ——600℃与开始失重时的温度差，以摄氏度表示（℃）。

9 试验报告

试验报告应包括下列内容：

- a) 委托单位；
- b) 试样名称及编号等有关试样的全部情况；
- c) 试验单位；
- d) 试验人员；
- e) 试验日期；
- f) 依据的标准。