



中华人民共和国国家标准

GB /T 26930.7—201X/ISO 5940-2 : 2007

原铝生产用炭素材料 煤沥青

第7部分：软化点的测定 Mettler 法

Carbonaceous materials used in the production of aluminium —

Coal pitch —Part 7: Determination of softening point

(Mettler softening point method)

(ISO 5940-2 : 2007, IDT)

(征求意见稿)

201×-××-××发布

201×-××-××实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布

前 言

GB/T26930《原铝生产用炭素材料 煤沥青》共有 13 部分：

- 第 1 部分：水分含量的测定 共沸蒸馏法；
- 第 2 部分：软化点的测定 环球法；
- 第 3 部分：密度的测定 比重瓶法；
- 第 4 部分：喹啉不溶物含量的测定；
- 第 5 部分：甲苯不溶物含量的测定；
- 第 6 部分：灰分的测定；
- 第 7 部分：软化点的测定 Mettler 法；
- 第 8 部分：结焦值的测定；
- 第 9 部分：氧弹法测定硫含量；
- 第 10 部分：仪器法测定硫含量；
- 第 11 部分：动态粘度的测定；
- 第 12 部分：挥发物的测定；
- 第 13 部分：喹啉不溶物中 C/H 原子比的测定。

本部分为第 7 部分。

本部分按照 GB/T1.1—2009 给出的规则起草。

本部分使用翻译法等同采用 ISO 5940-2：2007《铝生产用炭素材料 — 电极用沥青 — 软化点的测定 — Mettler 法》。本部分等同采用 ISO 5940-2：2007 时，删除了其前言和介绍。

与本部分中规范性引用的国际文件有一致性对应关系的我国文件如下：

- GB/T26297.5 铝用炭素材料取样方法 第 5 部分：煤沥青（ISO 6257：2002, MOD）。

本部分由中国有色金属工业协会提出。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC243）归口。

本部分负责起草单位：中国铝业股份有限公司郑州研究院。

本部分参加起草单位：XXX XXX XXX。

本部分主要起草人：XXX、XXX、XXX、XXX。

原铝生产用炭素材料 煤沥青

第 7 部分：软化点的测定 Mettler 法

1 范围

本部分规定了采用 Mettler 法测定煤沥青的软化点，测定范围：50℃~180℃。

本部分也适用于 Mettler 软化点为 50℃~150℃的用作粘合剂或浸润剂的其他有机材料的测定。

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，仅所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。

ISO 6257 原铝生产用炭素材料 — 电极用沥青 — 取样。

DIN 1333 数字修约规则。

DIN 51848-1 矿物油的检测 — 一般介绍、定义和分级应用。

3 方法原理

将沥青试样放置在圆柱形的样品杯口中，杯出口的直径为 6.35 毫米。在空气浴中进行加热升温，直到试样软化后从出口流出，遮住下方 19mm 处的光栅。

4 仪器和试剂

4.1 测定装置（见图 1）：由 4.1.1 到 4.1.7 中给出的部分组成。

4.1.1 电炉。

4.1.2 样品杯（见图 2）：由镀铬黄铜或铬镍钢制成。

4.1.3 电阻式温度计：测量温度范围 50℃~180℃。

4.1.4 样品杯支架。

4.1.5 光栅：传感材料，能够感应从样品杯中流出的沥青。

4.1.6 带温度指示的控制单元：由带温度显示的温度计（4.1.3）和能显示设备运行状态的指示灯组成。

4.1.7 收集器：用于收集软化后掉下的试样。

4.2 碗：由陶瓷、聚四氟乙烯或金属制成，容积约 50mL。

4.3 平盘：表面光滑，由金属或玻璃制成。

4.4 铲刀。

4.5 脱模剂：例如甘油和糊精的混合物，比例为 1:1。

4.6 电动液压机：如美国 ASTM D3104 所描述的、或能向试样杯中注入可磨的沥青的合适压机。

4.7 冲床：适合挤压可磨的沥青。

4.8 天平：能够称量可磨的沥青，精确至 0.1g。

5 取样

按照 ISO 6257 的规定取样。

6 制样

6.1 沥青类型

沥青可以分为可磨的或不可磨的。将不可磨的沥青进行熔化处理（见 6.2），可磨的沥青进行熔化或模压处理（见 6.3）。

6.2 熔化法制备沥青试料

称取约 20 克经空气干燥的试样于碗中（4.2）熔化，注意确保碗壁不出现过热情况，同时也没有蒸气产生，不能将样品任何的部分加热到高于预期软化点 50℃以上。仔细搅拌熔化的试样以清除气泡，并清除熔化试样表面产生的泡沫，有泡沫则表明沥青中含有水分。保温直至沥青中的泡沫消失。在平盘（4.3）的表面涂抹脱模剂（4.5），将样品杯（4.1.2）放置在准备好的平盘上，

将碗中融化好的样品（6.1）倒满样品杯，使熔融样品突出样品杯的顶端 1mm~2mm。冷却后，用预热过的铲刀刮平杯口使样品表面与样品杯上缘齐平。不是简单地切去样品的凸出部分：要尽量避免导致样品含有空心，最后从平盘中移走样品杯。

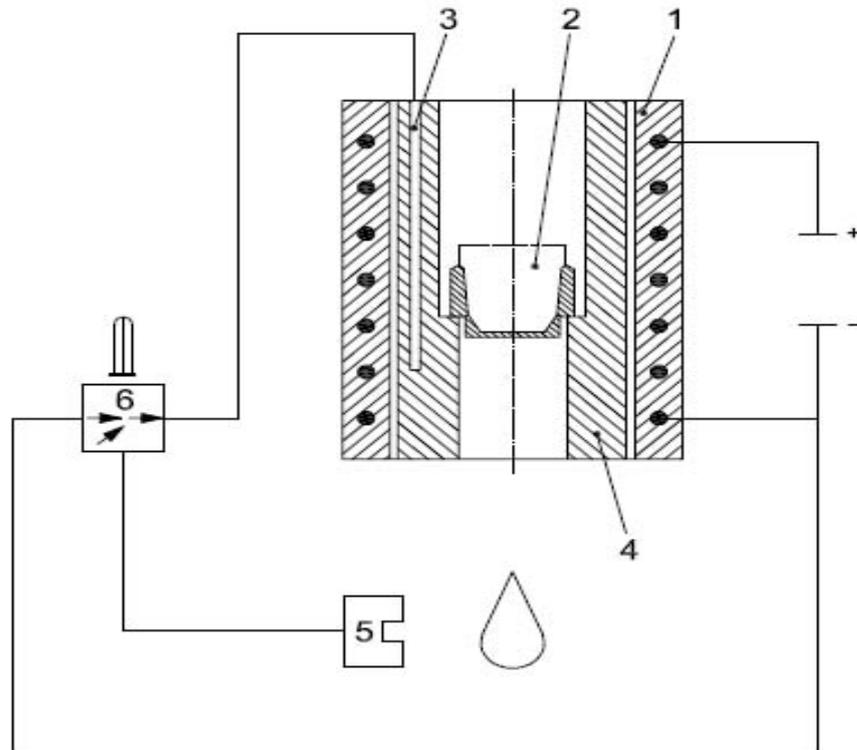


图 1 测定装置示意图

- 1、电炉 2、样品杯 3、电阻式温度计 4、样品杯支架 5、光栅 6、带温度指示的控制单元

图 2 中：单位为毫米

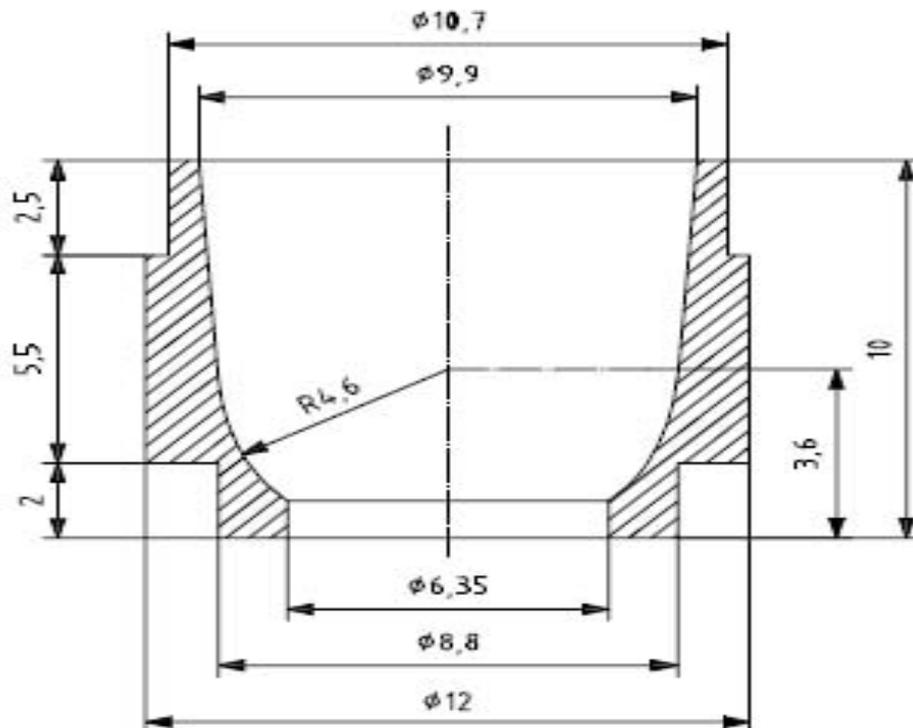


图 2 样品杯

6.3 模压法制备沥青试料

研磨样品粒度到 1mm~2mm，将样品杯放进样品盒，将磨好的试样填入样品杯，用手轻轻冲压样品杯中的试样，然后将样品盒放入一个液压模具。向样品杯中的试样施加 15 千牛顿的力，至少持续 15sec，从液压模具中取出样品盒，叩开电动液压机的头部使样品杯松开。

应该注意当使用此制样程序时，测得的软化点会低 1℃以上。

7 测定步骤

7.1 将装满试样的样品杯、样品杯支架和收集器套筒组成样品盒。

7.2 仪器操作和结果显示

选择一个低于预期软化点 20℃~25℃的温度作为起始温度，调整设备加热速率为每分钟 2℃。当仪器显示可以运行时，立即将样品盒放入炉中，开始旋转直至收集器套筒填满（在仪器开启约 30s 后），在测定结束时，从存储于仪器的结果中读取 Mettler 软化点，以摄氏度表示，精确到 0.1℃。

按照 DIN 1333 的规定，结果修约到小数点后一位。

7.3 温度校准

7.3.1 采用温度计或热电偶校准

控制单元的温度显示可以按以下方法校准：将合适的温度计或热电偶的顶端插入样品杯和沥青中，然后，带样品杯的支架下部与热电偶或温度计放进炉中加热到一定温度，达到预先设定的温度 5 min 后，读取温度计或热电偶的读数，其读数低于控制单元显示的温度，但差值不大于 0.5℃。较长时间后，两者读数之间的差异应接近零。

如果以 2℃/min 的恒定速率加热炉子（就像测定软化点时的升温程序），合适的温度计或热电偶的读数低于控制单元显示的温度在 1℃~1.5℃之间。

7.3.2 使用苯甲酸校准

可以在每季度，每半年或者调试后进行校准实验。将一个试样架放在平面上，然后填上苯甲酸。用直径为 10 mm 的玻璃棒捣实，选择校正程序并开始分析，起始温度为 121℃，升温速率 0.2℃/min，在此条件下，测定的结果应该是 123.5℃±0.5℃，如果不是，则仪器必须调试。

注：在测量过程中，无论是样品杯外的沥青或者炉膛内的沥青都会有烟雾逸出，该烟雾会干扰光电池，导致测定结果太低。

8 检测报告

检测报告至少应包括以下内容：

- a) 标准编号 (ISO 5940-2)；
- b) 与 ISO 5940-2 的任何偏离；
- c) 测定日期；
- d) 详细和必要的试样标识；
- e) 检测样品的类型，例如：可磨沥青或不可磨沥青；
- f) 模压还是融化后倒入杯中；
- g) 所使用的梅特勒仪器型号和制造商；
- h) 检测次数；
- i) 单次测定值和平均值，以摄氏温度表示，对 Mettler 软化点，正如其数显结果，精确至 0.1℃。

9 精密度

9.1 测定

根据 DIN 51848-1 确定本方法的精密度。

9.2 重复性

同样的人使用同一台设备对同一个试样，按照本标准规定的条件进行 2 次测定，2 次测定结果的差值不大于 0.5℃是可以接受的。

9.3 再现性

不同的人，在不同的实验室，对同样的试样，按照本标准规定的条件进行测定，测定结果之间的差值不大于 1.5℃是可以接受的。

附录 A
(资料性附录)
与其他方法测定的软化点的近似比较

Mettler法测定的软化点 M_{SP} 与其他方法测得的软化点可以近似按下列公式进行转化:

DIN 52025 标准中, Kraemer-Sarnow 软化点 KS:

$$KS = (M_{SP} - 13) \cdot 0.95 \dots\dots\dots (A1)$$

DIN 52011 标准中, 环球法软化点 RB:

$$RB = M_{SP} - 5 \dots\dots\dots (A2)$$

ASTM D2319 标准中, 空气管软化点 CA:

$$CA = M_{SP} \dots\dots\dots (A3)$$

公式 A1、A2、A3 中:

- M_{SP} — 采用Mettler法测定的软化点;
 - KS — 采用 Kraemer-Sarnow 法测定的软化点;
 - RB — 采用环球法测定的软化点;
 - CA — 采用空气管法测定的软化点。
-