



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 2293—2019  
代替 GB/T 2293—2008

---

## 焦化沥青类产品喹啉不溶物试验方法

The method of quinoline-insoluble for pitch products of coal carbonization

2019-06-04 发布

2020-01-01 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 2293—2008《焦化沥青类产品喹啉不溶物试验方法》，与 GB/T 2293—2008 相比，主要技术变化如下：

- 修改了范围(见第 1 章,2008 年版的第 1 章)；
- 修改了称量瓶的技术要求(见 4.1.2,2008 年版的 4.1.2)；
- 增加了过滤装置,增加玻璃砂芯过滤坩埚抽滤及使用处理方法(见 4.1.7)；
- 提高了试剂喹啉、甲苯的技术要求(见 4.2.1、4.2.2,2008 年版的 4.2.1、4.2.2)；
- 增加了试剂丙酮、硅藻土的技术要求(见 4.2.3、4.2.4)；
- 修改了试样称取的要求(见 6.1,2008 年版的 6.2.1)；
- 增加了搅拌用玻璃棒处理的规定(见 6.3)；
- 增加了抽滤过程助滤剂(硅藻土)的使用及处理方法(见 6.5)；
- 修改了试样溶解后洗涤步骤,分别使用热喹啉、甲苯、丙酮依次洗涤(见 6.7、6.8、6.9,2008 年版的 6.2.5)；
- 修改了洗涤溶液热喹啉的用量体积(见 6.7,2008 年版的 6.2.5)；
- 增加了试样溶解后丙酮的洗涤步骤(见 6.9)；
- 增加了使用过的玻璃砂芯过滤坩埚处理方法的规定(见 6.11)；
- 增加了煤焦油及浸渍沥青的精密度(见 8.3)。

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、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、北京英斯派克科技有限公司、冶金工业信息标准研究院。

本标准主要起草人:江鑫、边海军、李晓灵、张彤山、卢培山、付利俊、吴明明、郑景须、张炳玉、史学军、吴洋、路培中、芦海涛、于益如、闫萍、陈洪。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 2293—1980、GB/T 2293—1997、GB/T 2293—2008。



## 焦化沥青类产品喹啉不溶物试验方法

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规定要求的条件。试验操作时检测人员应戴防毒口罩、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

本标准规定了煤焦油和利用煤焦油生产的焦化沥青类产品喹啉不溶物试验方法的试验原理、仪器和试剂、试样的采取和制备、试验步骤、试验结果计算与允许偏差。

本标准适用于煤焦油和利用煤焦油生产的焦化沥青类产品喹啉不溶物含量的测定。

### 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)适用于本标准。

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 6005 试验筛 金属丝编织网、穿孔板和电成型薄板 筛孔的基本尺寸

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

### 3 试验原理

一定质量的试样,在规定的试验条件下,用喹啉进行溶解,对不溶物进行过滤、洗涤、烘干,然后计算其质量分数。

### 4 仪器和试剂

#### 4.1 仪器

4.1.1 烧杯:100 mL。

4.1.2 称量瓶:直径 35 mm,高 70 mm 或 75 mm,并附有严密的磨口盖。

4.1.3 干燥器:内装干燥剂。

4.1.4 恒温水浴器:温度控制在 $(75\pm 5)$ ℃。

4.1.5 抽滤瓶:容积为 500 mL~1 000 mL。

4.1.6 真空泵:1 L/s,极限真空度 0.06 kPa~0.067 kPa。

4.1.7 鼓风干燥箱。

4.1.8 过滤器:1、玻璃砂芯过滤坩埚:G4,直径 40 mm。玻璃砂芯过滤坩埚于 1+1 盐酸中煮沸,用实验室用水清洗干净,于 105℃~110℃的干燥箱中干燥恒重,放入干燥器中保存,以备。2、滤纸:中速定量滤纸,直径 125 mm。将滤纸置于甲苯中浸泡 24 h 后取出晾干,于 105℃~110℃的干燥箱中干燥恒

重,放入干燥器中保存,以备用。

4.1.9 硬质玻璃洗瓶:容积 200 mL~500 mL,带刻度。

4.1.10 离心机:转速为 0 r/min~4 000 r/min,带 50 mL 离心试管。

4.1.11 天平:感量 0.000 1 g。

4.1.12 筛子:符合 GB/T 6005 规定的 SS<sub>ω</sub>500/315 μm 筛子。

4.1.13 玻璃漏斗:直径 80 mm。

## 4.2 试剂

4.2.1 喹啉:分析纯或纯度达到 95% 以上的化学纯。

4.2.2 甲苯:分析纯。

4.2.3 丙酮:分析纯。

4.2.4 硅藻土:分析纯,细度 40 目~60 目。将硅藻土在 G4 玻璃砂芯过滤坩埚内使用实验室用水冲洗过滤后,置于干燥箱中干燥至恒重(2 h~2.5 h),再放入干燥器中冷却至室温备用。

## 5 试样的采取和制备

5.1 试样的采取按 GB/T 1999 及 GB/T 2000 的规定进行。

5.2 试样的制备按 GB/T 2291 的规定进行,烘干后用研钵研磨成通过 SS<sub>ω</sub>500/315 μm 筛的颗粒。

5.3 对软沥青试样,应将试样熔化,搅拌均匀,保证熔化温度不超过 150 °C,熔化时间不超过 10 min。

## 6 试验步骤

6.1 准确称取试样中其喹啉不溶物含量满足 75 mg~150 mg 的试样量(称准至 0.000 2 g),煤焦油及沥青等试样置于洁净干燥的 100 mL 烧杯中,改质沥青试样置于离心试管中,加入 25 mL 喹啉,用玻璃棒搅拌均匀。

6.2 将上述装有试样的烧杯或离心试管,与装有喹啉的硬质玻璃洗瓶一起浸入(75±5)°C 的恒温水浴中,试样不时搅拌,30 min 后取出,准备抽滤。

6.3 将搅拌使用的玻璃棒用热喹啉冲洗干净,洗涤液置于盛装试样的烧杯或离心试管中。

6.4 对装有改质沥青试样的离心试管应置于离心机中,在 4 000 r/min 的转速下离心 20 min 后取出再抽滤。

6.5 装好过滤装置,将干燥的硅藻土 2 g~3 g,加到洁净干燥至恒重的过滤器中,并全部称重,精确至 0.000 1 g。

6.6 用少量喹啉浸润 6.5 规定的过滤器中的硅藻土,将溶解后的试样缓慢倒入过滤器中,同时进行抽滤。

6.7 用 30 mL 热喹啉分数次洗涤烧杯或离心试管,使残渣全部转移到过滤器中,再用 50 mL 的热喹啉多次(每次约 10 mL)洗涤过滤器中的残渣,并同时进行抽滤,抽滤时应保证喹啉的温度。

6.8 热喹啉洗涤抽滤后用 100 mL 左右热甲苯分 7 次至 8 次过滤洗涤,洗至无明显黄色,滤液呈无色透明状。

6.9 热甲苯洗涤抽滤后再使用 50 mL 丙酮分数次过滤洗涤,之后继续抽滤 5 min。

6.10 移开过滤器,用滤纸擦净过滤器外部,将过滤器连同硅藻土及不溶物一同置于 115 °C~120 °C 干燥箱中干燥 90 min 后取出,稍冷,置于干燥器中冷却至室温,并称量至恒重,称准至 0.000 1 g。

6.11 使用过的玻璃砂芯过滤坩埚在 1+1 盐酸中煮沸约 20 min,用蒸馏水清洗干净,于 105 °C~110 °C 的干燥箱中干燥恒重,放入干燥器中保存,以备用。

6.12 改质沥青等高喹啉不溶物含量沥青产品推荐使用滤纸作为过滤器,其试验步骤相同。过滤时滤纸紧贴在漏斗上,不能有空隙,用喹啉浸润,可不加助滤剂。

## 7 结果

### 7.1 结果计算

喹啉不溶物质量分数按式(1)计算:

$$W = \frac{G_2 - G_1}{G} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

$W$  ——喹啉不溶物的质量分数;

$G_2$  ——过滤器、硅藻土及喹啉不溶物总质量,单位为克(g);

$G_1$  ——过滤器和硅藻土的质量,单位为克(g);

$G$  ——试样质量,单位为克(g)。

### 7.2 数值修约

数值修约按 GB/T 8170 规定进行。

## 8 允许偏差

### 8.1 煤沥青

重复性  $r$ : 不大于 0.8%; 再现性  $R$ : 不大于 1.0%。

### 8.2 改质沥青

重复性  $r$ : 不大于 1.0%; 再现性  $R$ : 不大于 1.5%。

### 8.3 软沥青、煤焦油及浸渍沥青等

重复性  $r$  及再现性  $R$ : 由供需双方协议。

---