

ICS 75.160.10  
H 32



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 32158—2015

---

## 煤系针状焦

Coal-based needle coke

2015-10-09 发布

2015-12-01 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

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

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：中钢集团鞍山热能研究院有限公司、冶金工业信息标准研究院。

本标准主要起草人：于银萍、彭莉、屈彬、于洪武、王素秋、王磊、谢国威、高原、徐秀丽、张建华、孟庆波、孙伟、仇金辉、郑景须、赵建斌。

## 煤系针状焦

### 1 范围

本标准规定了煤系针状焦的技术要求、试验方法、检验规则、包装、运输、贮存和质量证明书。

本标准适用于以煤沥青为原料,经原料预处理、延迟焦化装置生产的,并通过高温煅烧后制成的针状焦,可用做高功率、超高功率石墨电极、特炭等的原料。

### 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)适用于本文件。

GB/T 1429 炭素材料灰分含量的测定方法

GB/T 1997 焦炭试样的采取和制备

GB/T 2001 焦炭工业分析测定方法

GB/T 3074.4 石墨电极测定方法 石墨电极热膨胀系数(CTE)测定方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 19227 煤中氮的测定方法

GB/T 21354 粉末产品 振实密度测定通用方法

GB/T 24203 炭素材料真密度、真气孔率测定方法 煮沸法

GB/T 24521 焦炭电阻率测定方法

GB/T 24526 炭素材料全硫含量测定方法

YB/T 5189 炭素材料挥发分的测定

### 3 技术要求

#### 3.1 煤系针状焦技术指标见表 1。

表 1 煤系针状焦技术指标

项目	指标		
	优级	一级	二级
真密度/(g/cm <sup>3</sup> )	≥	2.13	2.12
硫/%(质量分数)	≤	0.40	0.50
氮/%(质量分数)	≤	0.50	0.70
挥发分/%(质量分数)	≤	0.30	0.40
灰分/%(质量分数)	≤	0.20	0.30
水分/%(质量分数)	≤	0.15	

表 1 (续)

项目	指标		
	优级	一级	二级
热膨胀系数(室温至 600 ℃) (CTE)/(10 <sup>-6</sup> /℃) ≤	1.0	1.3	1.5
电阻率(ρ)/μΩ·m ≤	600	600	600
振实密度(1 mm~2 mm)/(g/cm <sup>3</sup> ) ≥	0.90	0.88	0.85

3.2 用户对技术指标有特殊需求由供需双方协商确定。

3.3 煤系针状焦粒度按用户要求协商确定。

#### 4 试验方法

4.1 真密度的测定按 GB/T 24203 或附录 A 规定进行,附录 A 规定方法为仲裁法。

4.2 硫含量的测定按 GB/T 24526 的规定进行。

4.3 氮含量的测定按 GB/T 19227 的规定进行。

4.4 挥发分的测定按 YB/T 5189 的规定进行。

4.5 灰分的测定按 GB/T 1429 的规定进行。

4.6 水分的测定按 GB/T 2001 中的相关规定进行。

4.7 电阻率的测定按 GB/T 24521 的规定进行。

4.8 热膨胀系数(CTE)试样的制备按附录 B 的规定进行,测定方法按 GB/T 3074.4 的规定进行。

4.9 振实密度试样按 GB/T 1997 中要求,逐级破碎,混合缩分至 1 kg,再用二分法缩分至 500 g,将 500 g 试样全部破碎成 1 mm~2 mm(圆孔筛)的试样以供实验,测定方法按 GB/T 21354 的规定进行。

#### 5 检验规则

5.1 煤系针状焦的质量检验和验收由供方质量监督检验部门进行。

5.2 试样的采取和制备按 GB/T 1997 规定进行。

5.3 以 1 000 t 为一个批次,不足 1 000 t 的按一个批次检验。

5.4 当产品出现不合格项时,对不合格项应重新取双倍试样进行检验,检验合格,本批产品判为合格,如仍不合格,则该批产品为不合格。

5.5 数值的修约按 GB/T 8170 规定进行。

#### 6 包装、运输、贮存和质量证明书

6.1 煤系针状焦应用包装袋包装,包装袋的基布应有足够的抗拉强度,能防水,防老化。

6.2 每袋包装重量:净重量 1 000 kg±10 kg。包装袋上还应标明:产品名称、产品标准号、批号、等级、净重、供方名称、地址和商标。

6.3 运输时应防潮湿及防雨淋。

6.4 应在干燥、通风、阴凉的固定仓库内贮存,并具有防火功能等。

6.5 每批出厂产品都应附有质量证明书,内容应包括:产品名称、产品标准编号、批号、等级、净重、供方名称和地址、生产日期和本标准规定的各项检测结果。

**附 录 A**  
(规范性附录)

**煤系针状焦 真密度的测定 煤油置换法**

**警告:**本方法中所用试剂煤油有燃爆危险、刺激性气味,试验操作建议在通风橱中进行。关于煤油的物理性质、使用、储存、灭火等请查阅“煤油安全技术说明书”。

### A.1 范围

本附录适用于针状焦真密度的测定。

### A.2 术语和定义

下列术语和定义适用于本附录。

#### A.2.1

**真密度 true density**

煤系针状焦单位体积(不含孔隙和颗粒空隙)的质量。

### A.3 原理

试样经煤油浸润在真空中排气后,用密度瓶法测其在 40 ℃ 的密度。

### A.4 样品制备(准备)

取有代表性针状焦试样,按 GB/T 1997 的规定缩减到大约 50 g,50 g 试样在圆盘形容器中被研磨直到通过孔径 0.074 mm(200 目标准筛),并且在烘箱 150 ℃~200 ℃ 干燥至恒重,然后在干燥器中冷却。

### A.5 仪器

A.5.1 恒温水浴:可控制在 40 ℃±0.2 ℃。

A.5.2 密度瓶:50 mL 毛细管密度瓶,用不同的标识标明一个瓶子,记录下每一个装满 40 ℃ 的标准煤油质量  $C$ (见 A.7.6),每更换一批不同的煤油时也重新标定质量  $C$ 。

注:如新密度瓶的塞子密封不够完全,通常推荐使用碳化硅玻璃磨砂混合物来提高密度瓶的密封性。

A.5.3 真空干燥器:带防护装置。

A.5.4 真空度:能维持 0.09 MPa 以上的压力。

A.5.5 通用滤纸:规格不限。

A.5.6 天平:感量 0.000 1 g。

### A.6 试剂

A.6.1 煤油:无色或淡黄色透明液体,无肉眼可见杂质;如有杂质,可过滤后使用。

## GB/T 32158—2015

A.6.2 煤油保留一份 20 L 数值已知并且被标定过的煤油试样以用作煤油标定。按 A.7 操作标定煤油密度,通过装满煤油的密度瓶的总质量导出煤油密度。保留的试样如果超过 1 年,应重新标定。

## A.7 测量密度瓶体积

A.7.1 用铬酸洗液清洗瓶子和塞子。洗净烘干后,称量瓶子和塞子,称准至 0.000 1 g,记录为  $A$ 。

A.7.2 用新鲜的煮沸蒸馏水充满瓶子,放回瓶塞,将瓶子直至颈部向上浸在 40 °C 的恒温水浴中。利用铅的质量阻止倾翻,当瓶子热起来并且水膨胀的时候,过剩的水将从毛细管部分溢出,当溢出停止时(10 min~15 min),温度达到平衡,检查毛细管,以便确定它是否充满水,如果水未充满,密度瓶继续保持在水浴中,用一个小的注射器添加蒸馏水。

A.7.3 从水浴中移开瓶子,移开铅的质量,放置瓶子在能吸收的纸上,允许它在室温下冷却直到液体从毛细管部分冷却下来,小心地擦干瓶子的外部,特别注意瓶子和塞子的连接处,当完全干燥时,称量,称准至 0.000 1 g 并记下质量  $B$ 。

注:为了更迅速地冷却和干燥,可以用丙酮冲洗瓶颈以下的部位,小心操作,避免毛细管中染上丙酮。

A.7.4 按式(A.1)计算密度瓶的体积  $V_p$ :

$$V_p = \frac{B - A}{\rho} \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

$V_p$  ——密度瓶的容积,单位为毫升(mL);

$B$  ——密度瓶和蒸馏水的质量,单位为克(g);

$A$  ——密度瓶的质量,单位为克(g);

$\rho$  ——40 °C 水的密度为 0.992 24,单位为克每立方厘米(g/cm<sup>3</sup>)。

A.7.5 过滤煤油,放置在空气完全排除的真空容器下。

A.7.6 除了瓶中用标定过的煤油外,通过重复 A.7.1 到 A.7.3 步骤,测定充满 40 °C 煤油的密度瓶的质量,当煤油在 40 °C 水浴中变暖的时候,可以使用滤纸收集从毛细管中溢出的溢出物以免污染水浴,该操作可能导致煤油从毛细管中吸出。当温度达到平衡时,毛细管应充满。如未充满,可用一个小的注射器在水浴中添加煤油使毛细管充满。然后将密度瓶移出水浴,冷却、干燥后,称量,称准至 0.000 1 g,记为质量  $C$ 。

A.7.7 按式(A.2)计算煤油的密度:

$$D_0 = \frac{C - A}{V_p} \quad \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

$D_0$  ——煤油在 40 °C 时的密度,单位为克每立方厘米(g/cm<sup>3</sup>);

$C$  ——密度瓶和煤油的质量,单位为克(g)。

A.7.8 取误差在 0.000 5 g/cm<sup>3</sup> 之内的至少 4 个结果求算术平均值,作为煤油在 40 °C 时的密度。

## A.8 步骤

A.8.1 称量约 10 g 干燥针状焦样(针状焦样制备按 A.4),称准至 0.000 1 g,记录质量  $W_s$ 。

A.8.2 用标定过的煤油装入密度瓶至一半处,并放入真空干燥器中。抽真空,抽至不再有气泡冒出(约 0.5 h)。仔细观察,发现密度瓶有溢出时,立即关闭抽真空。

A.8.3 将密度瓶从真空干燥器中移出,添加标定过的煤油至密度瓶完全充满。静置几分钟,然后盖上瓶塞。确保无空气残留。将密度瓶放在 40 °C 恒温水浴至温度稳定。按 A.7.6 要求用滤纸吸收溢出物。

A.8.4 将密度瓶移出恒温水浴,擦干、称量,称准至 0.000 1 g。记作重量  $W_t$ 。

## A.9 计算和报告

A.9.1 按式(A.3)计算真密度  $D_r$ ：

$$D_r = \frac{W_s \times D_0}{C + W_s - W_t} \quad \dots\dots\dots (A.3)$$

式中：

$W_s$  —— 试样质量,单位为克(g)；

$W_t$  —— 密度瓶+试样+煤油的质量,单位为克(g)；

$D_r$  —— 试样的真密度,单位为克每立方厘米( $\text{g}/\text{cm}^3$ )。

A.9.2 取误差在  $0.01 \text{ g}/\text{cm}^3$  内的相近重复结果,求其算术平均值作为针状焦的真密度。

## A.10 精密度

A.10.1 重复性  $\leq 0.005 \text{ g}/\text{cm}^3$  (95%置信度)。

A.10.2 再现性  $\leq 0.01 \text{ g}/\text{cm}^3$  (95%置信度)。

## A.11 试验报告

试验报告应至少包括以下内容：

- a) 委托单位；
- b) 试样名称及编号；
- c) 试样结果的平均值；
- d) 试验单位；
- e) 试验人员；
- f) 试验日期。

**附 录 B**  
(规范性附录)

**煤系针状焦热膨胀系数试样的制备方法**

**B.1 试样制备**

**B.1.1 破碎**

选取有代表性的粒度在 30 mm 以下的煅烧后针状焦,按 GB/T 1997 规定缩分至 4 kg 左右。

将其全部破碎成 1 mm 以下的焦粒,再用四分法从中取 1 kg 的试样,在球磨机里进行细磨,其最后粒度组成控制在:小于 0.075 mm 为:40%±2%,0.15 mm~0.5 mm 为 25%±5%,0.075 mm~0.15 mm 不控制。

**B.1.2 混捏**

将磨好的试料与粒度为 1 mm 以下的电极沥青(电极沥青质量指标:软化点 80℃~90℃、甲苯不溶物 15%~25%、灰分不大于 0.3%、喹啉不溶物不大于 3%的干燥中温沥青)混合均匀,然后将此料于预先加热好的混捏锅中进行混捏。混捏锅的容积约为 1 L,被混捏的混合样为 1.1 kg,混捏温度为 120℃~140℃,混捏时间约为 1 h,粘结剂(电极沥青)的量根据吸附性的大小而定,一般约为 27%~28%。

**B.1.3 压型**

将混捏好的糊料立即在挤压机中挤压成直径为 30 mm、长度为 80 mm 的小圆棒形生制品试样。

- a) 模子温度,糊缸温度约 95℃,咀子温度约 110℃;
- b) 预压条件:压力为 60 kg/cm<sup>2</sup>,时间为 2 min;
- c) 压出条件:调整糊料的温度或挤压压力,保持压出速度一致,每分钟挤压一根。

**B.1.4 焙烧**

将生制品试样装入壁厚为 20 mm 的石墨坩锅里,用小于 2 mm 的砂子为填充料,在高温电阻炉中焙烧成焙烧试样。操作如下:

石墨坩锅底上放一层约为 25 mm 厚的填充料,试样在填充料上面,试样之间及试样与坩锅壁之间留下相等的间隙(约 15 mm),并用填充料填充好。如果试样多的话,应再加上约 15 mm 厚的填充料,以覆盖一层试样,然后与装第一层试样相似的方法在填充料上放第二层试样,再覆盖好填充料(装好时,要记录试样在坩锅中的位置)。

试样在高温电阻炉中焙烧,焙烧温度按表 B.1 规定控制。

**表 B.1 焙烧温度**

温度范围/℃	升温速度/(℃/h)	时间/h
室温~200	30	6
200~500	10	30
500~700	25	8



表 B.1 (续)

温度范围/℃	升温速度/(℃/h)	时间/h
700~1 100	50	8
1 100	保温	4
注：温度是指试样温度。		

## B.1.5 石墨化

焙烧试样在高温炉里,于氩气保护气体中进行石墨化,其升温控制条件按表 B.2。

表 B.2 升温控制条件

温度范围/℃	时间
室温~1 300	15 min
1 300~1 500	5 min
1 500~2 000	10 min
2 000~2500	15 min
2 500~2 800	15 min
2 800	4 h
注：对生制品、焙烧品及石墨化后的试样,都要进行假比重的测定(生制品假比重不小于 1.60)。再取假比重差值不超过 0.02 的石墨化后的两根试样,作为测定 CTE 试样。	

## B.2 热膨胀系数(CTE)的测定

CTE 的测定按 GB/T 3074.4 的规定进行。

中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准  
煤系针状焦  
GB/T 32158—2015

\*

中国标准出版社出版发行  
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)  
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址 [www.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)

总编室:(010)68533533 发行中心:(010)51780238  
读者服务部:(010)68523946

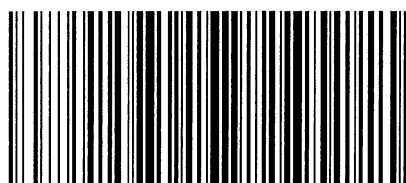
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

\*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 16 千字  
2015年11月第一版 2015年11月第一次印刷

\*

书号: 155066·1-52783 定价 16.00 元



GB/T 32158-2015

如有印装差错 由本社发行中心调换  
版权专有 侵权必究  
举报电话:(010)68510107