



中华人民共和国国家标准

GB/T 4000—2017
代替 GB/T 4000—2008

焦炭反应性及反应后强度试验方法

Determination of coke reactivity
index(CRI) and coke strength after reaction(CSR)

2017-10-14 发布

2018-05-01 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

目 次

前言	III
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 原理	1
4 试验仪器、设备和材料	1
5 试样的采取和制备	6
6 试验步骤	6
7 结果计算	7
8 精密度	7
附录 A (资料性附录) 单点测温加热炉	8
附录 B (资料性附录) 二氧化碳、氮气气体净化装置	11
附录 C (资料性附录) 焦炭水分的快速定量烘干法	13
附录 D (规范性附录) 试验记录	14
附录 E (资料性附录) 电炉恒温区检定方法	15
参考文献	16

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 4000—2008《焦炭反应性及反应后强度试验方法》，本标准与 GB/T 4000—2008 相比，主要技术内容变化如下：

- 修改了规范性引用文件；
- 修改了试验用仪器、材料；
- 修改了试样的采取与制备；
- 修改了试验步骤；
- 修改了精密度要求；
- 修改了附录 D：试验记录。

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炼焦化学分技术委员会(SAC/TC 469/SC 3)归口。

本标准起草单位：开滦集团唐山中润煤化工有限公司、鞍山市科翔仪器仪表有限公司、中钢集团鞍山热能研究院有限公司、绍兴市上虞宏兴机械仪器制造有限公司、浙江福特机械制造有限公司、武汉钢铁(集团)公司、鞍山汉盛冶金设备有限公司、冶金工业信息标准研究院。

本标准主要起草人：张建敏、安振东、任学工、王琪、张大鹏、郑景须、曹继温、赵秀云、董丽榕、孙春凯、线葵娟、李东涛、张关来、范金泉、金辉、张靖熙。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB 4000—1983、GB/T 4000—1996、GB/T 4000—2008。

焦炭反应性及反应后强度试验方法

1 范围

本标准规定了测定焦炭反应性及反应后强度试验方法的原理、试验仪器、设备和材料、试样的采取和制备、试验步骤、结果的计算及精密度。

本标准适用于高炉炼铁用焦炭的反应性及反应后强度的测定,其他用途焦炭可参照执行。

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 1997 焦炭试样的采取和制备

YB/T 4494 焦炭反应性及反应后强度机械制样技术规范

3 原理

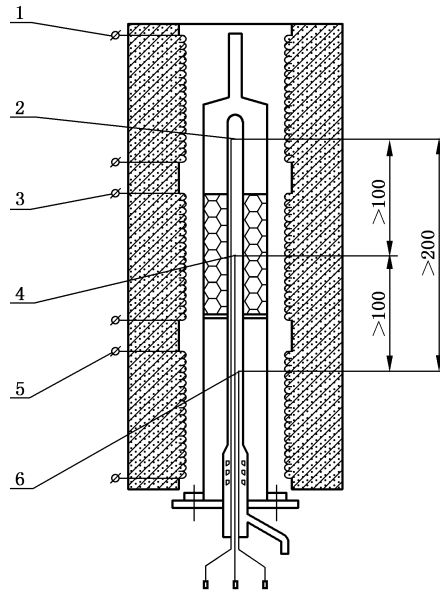
称取一定质量的焦炭试样,置于反应器中,在 1100 °C 时与二氧化碳反应 2 h 后,以焦炭质量损失的百分数表示焦炭反应性(Coke Reactivity Index,简称为 CRI)。

反应后焦炭,经 I 型转鼓试验后,以大于 10 mm 粒级的焦炭质量占反应后焦炭质量的百分数表示焦炭反应后强度(Coke Strength After Reaction,简称为 CSR)。

4 试验仪器、设备和材料

4.1 电炉

电炉用电炉丝、碳化硅或其他能满足试验要求的加热元件加热均可。在炉膛内(1 100±3)°C 恒温区长度不小于 150 mm,最好采用三段式加热炉(示意图见图 1),保证二氧化碳与焦炭试样反应时,进入试样层的气体温度、整个试样层温度稳定在(1 100±3)°C。也可采用单点测温加热炉,参照附录 A。



说明：

- 1——上段电炉；
- 2——上段测温电偶；
- 3——中段电炉；
- 4——中段测温电偶；
- 5——下段电炉；
- 6——下段测温电偶。

图 1 三段式加热炉示意图

4.2 温度控制装置

4.2.1 温度控制要求

温度控制装置能够在试验状态下实时显示试样层上、中、下温度，保证二氧化碳与焦炭试样反应时，进入试样层的气体温度、整个试样层温度稳定在 $(1\ 100 \pm 3)^\circ\text{C}$ 范围之内。

4.2.2 控温仪

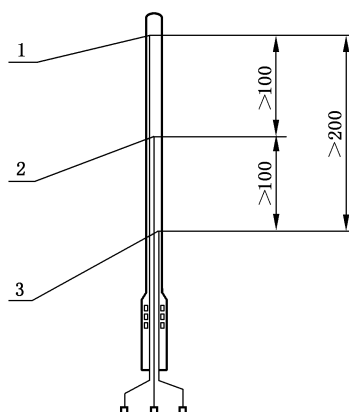
4.2.2.1 控制精度： $(1\ 100 \pm 3)^\circ\text{C}$ 。

4.2.2.2 精度等级：不低于 0.2 级。

4.2.3 三点式热电偶(示意图见图 2)

S 型，不低于工业级 II 级，热电偶测量端分别位于试样中心的上部、中部和下部。

单位为毫米



说明:

- 1——上段测温电偶；
2——中段测温电偶；
3——下段测温电偶。

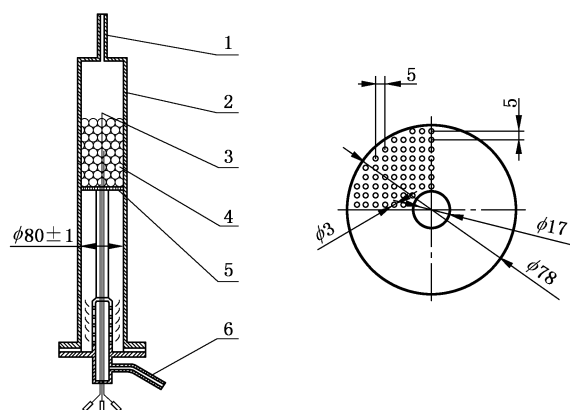
图 2 三点式热电偶示意图

4.3 反应器(示意图见图 3)

4.3.1 反应管材质:GH3044。

4.3.2 反应管壁厚: ≥ 1.5 mm。4.3.3 反应管内径: $\phi 80$ mm ± 1 mm。4.3.4 托料筛片: $\phi 78$ mm ± 1 mm,其上均匀钻 $\phi 3$ mm的圆孔,孔间距 5 mm,筛片厚度 1.5 mm。

单位为毫米



说明:

- 1——反应器出气管；
2——反应器管壁；
3——热电偶护管；
4——焦炭试样；
5——托料筛片；
6——反应器进气管。

图 3 反应器示意图

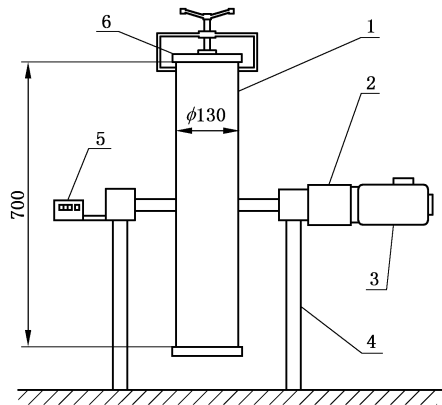
4.4 I 型转鼓(示意图见图 4)

4.4.1 恒定转速:20 r/min。

4.4.2 鼓体:用内径 130 mm,厚 5 mm~6 mm 的无缝钢管加工而成,鼓内净长度 700 mm±1 mm,鼓盖厚度 5 mm~6 mm。

4.4.3 定期检查 I 型转鼓转数及转鼓磨损情况,如果 600 r 超过 30 min±1 min 或鼓体尺寸不符合 4.4.2 要求,应及时修补或更换。

单位为毫米



说明:

- 1——转鼓;
- 2——联轴器;
- 3——减速电机;
- 4——支架;
- 5——计数器;
- 6——转鼓盖。

图 4 I 型转鼓结构示意图

4.5 二氧化碳供给系统

4.5.1 二氧化碳:纯度 $\geq 99.5\%$,干燥,其中 O_2 的浓度应 $< 0.01\%$ 。

4.5.2 二氧化碳质量流量控制器:量程 5 L/min,精度不低于 $\pm 1.5\%$ F.S。

4.5.3 设备进气口装配二氧化碳加热减压阀。

注:气体纯度不能满足要求时,可采用附录 B 中的仪器进行净化和干燥。本标准所用的气体体积和流量采用标准状态(0 °C 和一个大气压)下的体积和流量。

4.6 氮气供给系统

4.6.1 纯氮:纯度 $\geq 99.99\%$,干燥。

4.6.2 氮气质量流量控制器:量程 5 L/min,精度不低于 $\pm 1.5\%$ F.S。

4.6.3 设备进气口装配氮气减压阀。

注:气体纯度不能满足要求时,可采用附录 B 中的仪器进行净化和干燥。本标准所用的气体体积和流量采用标准状态(0 °C 和一个大气压)下的体积和流量。

4.7 圆孔筛

$\phi 10$ mm, 筛框有效直径 200 mm。

$\phi 23$ mm, 筛框有效直径 300 mm。

$\phi 23$ mm 和 $\phi 25$ mm, 筛面 400 mm \times 500 mm, 参见 GB/T 2006 圆孔筛规定制作。

4.8 干燥箱

工作室容积不小于 0.07 m³ 的鼓风干燥箱。

4.9 天平

最大称量不超过 1 000 g, 感量为 0.1 g。

4.10 铑-铂热电偶

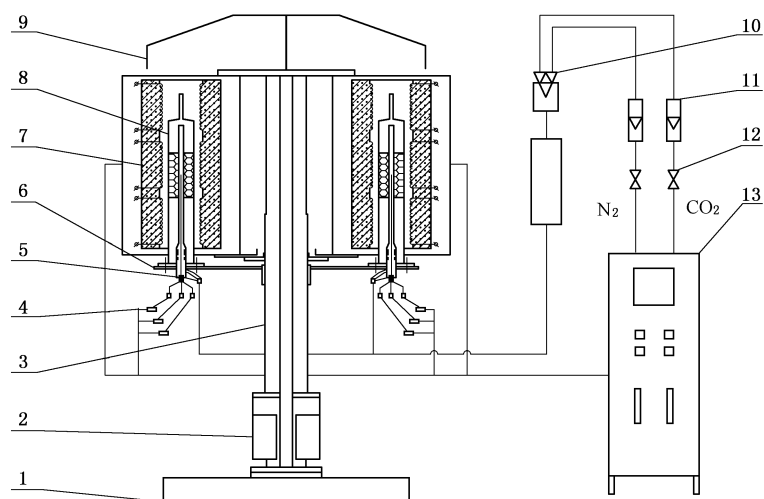
S 型, 不低于工业级 II 级, 装在耐热保护管中, 用来测定和控制试验条件所要求的样品温度。

4.11 标准样品

焦炭反应性及反应后强度标准样品, 用来定期检测设备的稳定性。

4.12 三段式加热炉法-焦炭反应性检测系统

示意图见图 5。



说明:

1——双炉基座;

2——升降机构;

3——升降立柱;

4——三段控温电偶;

5——气体入口;

6——升降托板;

7——三段炉膛;

8——反应器;

9——排气罩;

10——配气装置;

11——流量计;

12——电磁阀;

13——电控柜。

图 5 三段式加热炉法-焦炭反应性检测系统示意图

5 试样的采取和制备

5.1 按 GB/T 1997 规定的取样方法,按比例取不小于 25 mm 焦炭 60 kg,完全弃去气孔大、成蜂窝状的泡焦和带有黑头、不完全是灰色的炉头焦。

5.2 将焦炭制成 23 mm~25 mm 的近似球形颗粒。机械制样按照 YB/T 4494 的要求执行。

5.3 试验焦炉的焦炭可用大于 40 mm 粒级的焦炭直接制样。

5.4 将制好的试样用缩分器缩分出 900 g,在 170 °C~180 °C 温度下干燥 2 h,放入干燥器中冷却至室温,再用 ϕ 23 mm 和 ϕ 25 mm 的筛子进行筛分,去除粘着在焦块上的焦粉,用四分法将试样分成四份,每份不少于 220 g,装入密封的容器中备用。焦炭水分可参照附录 C 测定,若焦炭水分小于 1% 可不干燥。

6 试验步骤

6.1 试验次数

最少进行两次试验。记录每一次试验的焦粒数量,保证重复性试验或再现性试验使用的焦炭粒数相差不超过 1 粒。如果不能保证焦炭粒数满足要求时,在报告中注明并说明原因。

6.2 试样准备

称取试样(200±2)g,精确到 0.1 g,记录其质量为 m ,最终的质量校正可通过替换一块较轻或较重的焦炭来完成。

6.3 试样装入反应器

将焦炭试样装入反应器中铺平,确保反应器内的焦炭层处于电炉恒温区中部,将热电偶插入套管内并处于料层中心位置,固定好反应器。将反应器进气口与供气系统连接,检查气路,保证系统的气密性。

6.4 升温

电炉升温,升温速度为 8 °C/min~16 °C/min。当料层温度达到 400 °C 时,以 0.8 L/min 的流量通入氮气,防止焦炭烧损。当料层温度达到 1 050 °C 时,预热二氧化碳气瓶出口处,以保证二氧化碳稳定流出。当料层温度达到 1 100 °C 时,稳定 10 min,切断氮气,改通二氧化碳,流量为 5 L/min,记录开始反应时间。通二氧化碳后料层温度应在 5 min~10 min 内恢复到 1 100 °C±3 °C。反应 2 h,停止加热,切断二氧化碳,改通氮气,流量为 2 L/min。

警示——试验过程中有少量的 CO 排出,为保证安全,应将尾气燃烧或直接排出室外。试验过程中,要保持室内空气流通。

6.5 试样冷却

反应器出炉,在氮气保护下温度降到 100 °C 以下,停止通入氮气。

6.6 称量

打开反应器,倒出焦炭,称量,精确到 0.1 g,记录为 m_1 并记录反应后试样粒数。

6.7 转鼓试验

反应后的焦炭全部装入 I 型转鼓内,以 20 r/min 的转速共转 30 min,总转数 600 r,然后取出用

φ10 mm圆孔筛筛分,称量筛上物质量,精确到 0.1 g,记录为 m_2 并记录转鼓后试样粒数。

6.8 记录

试验的原始数据按附录 D 的格式记录。

7 结果计算

7.1 焦炭反应性

焦炭反应性(CRI)按(1)式计算,数值以%表示:

$$\text{CRI} = \frac{m - m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m ——反应前焦炭质量,单位为克(g);

m_1 ——反应后残余焦炭质量,单位为克(g)。

7.2 反应后强度

反应后强度(CSR)按(2)式计算,数值以%表示:

$$\text{CSR} = \frac{m_2}{m_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

m_2 ——转鼓后大于 10 mm 粒级焦炭质量,单位为克(g)。

焦炭反应性及反应后强度的试验结果取平行试验的算术平均值,保留到小数点后一位。

8 精密度

焦炭反应性(CRI)和焦炭反应后强度(CSR)的重复性和再现性,不得超过表 1 的规定值:

重复性是用本方法在正常和正确操作情况下,由同一操作人员,在同一实验室内,使用同一仪器,并在短期内,对相同试验样(见 6.2)所作两个单次测试结果,在 95% 概率水平两个独立测试结果的最大差值。

再现性是用本方法在正常和正确操作情况下,由两名操作人员,在不同实验室内,对相同试验样(见 6.2)各作单次测试结果,在 95% 概率水平两个独立测试结果的最大差值。

表 1

精密度要求	重复性/%	再现性/%
焦炭反应性(CRI)	≤2.4	≤4.0
焦炭反应后强度(CSR)	≤3.2	≤5.0

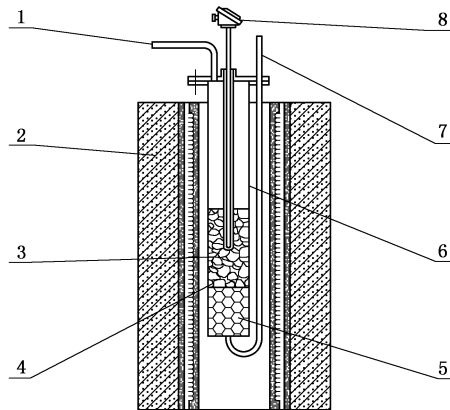
附 录 A
(资料性附录)
单点测温加热炉

A.1 恒温区温度定期校准

电炉恒温区长度应大于 150 mm, 试验时应保证焦炭层在恒温区内, 电偶测量端在焦炭层的中心 (可参照附录 E) 定期鉴定恒温区或用焦炭标样对反应性设备进行标定。

A.2 电炉 (见图 A.1)

电炉用金属电炉丝、碳化硅或其他满足试验要求的加热元件均可。



说明:

- 1——出气管;
- 2——炉体;
- 3——试样;
- 4——筛板;

- 5——高铝球(直径约 10 mm);
- 6——反应器;
- 7——进气口;
- 8——测温热电偶。

图 A.1 单点测温加热炉体结构示意图

A.3 温度控制装置

控制精度: $(1\ 100 \pm 3)^\circ\text{C}$ 。

精度等级: 不低于 0.2%FS。

A.4 热电偶

S 型或其他满足条件电偶, 不低于工业 II 级, 热电偶测量端位于焦炭层的中心部位。

注: 焦炭层的高度随焦炭密度改变, 试验时根据焦炭在反应器中高度调整电偶测量端位置。

A.5 反应器(见图 A.2)

反应器材质:GH3044。

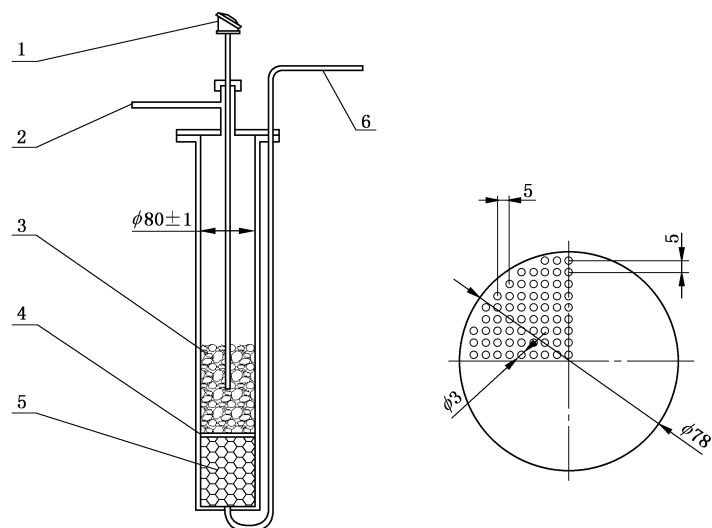
反应器壁厚: ≥ 1.5 mm。

反应器内径: $\phi 80$ mm ± 1 mm。

反应器长度:500 mm。

A.6 单点测温加热炉焦炭反应性检测系统

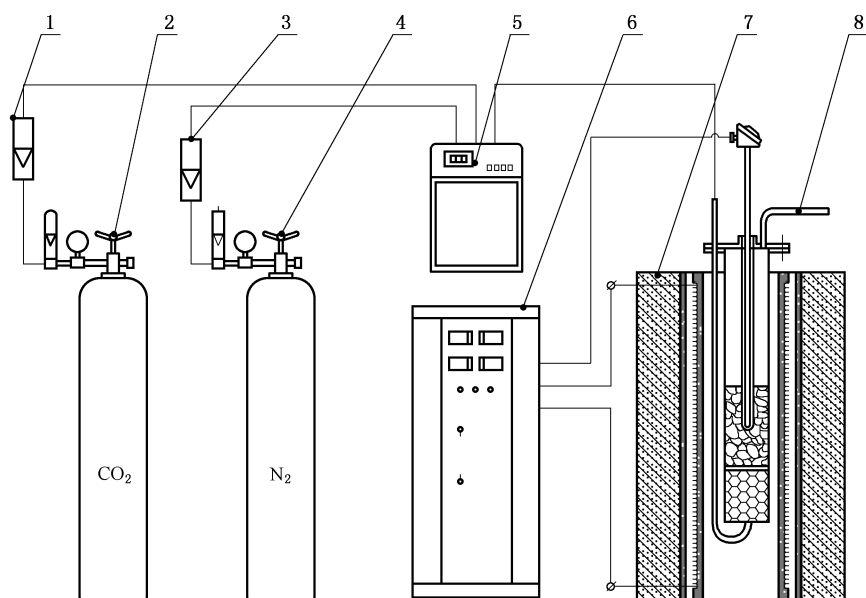
单点测温加热炉焦炭反应性检测系统工艺流程示意图见图 A.3。



说明:

- 1——热电偶;
- 2——气体出口;
- 3——试样;
- 4——筛片;
- 5——高铝球;
- 6——气体入口。

图 A.2 反应器示意图



说明：

- 1——流量计(CO₂)；
- 2——气瓶(CO₂)；
- 3——流量计(N₂)；
- 4——气瓶(N₂)；

- 5——洗配气箱；
- 6——电控柜；
- 7——加热炉体；
- 8——反应器。

图 A.3 单点测温加热炉焦炭反应性检测系统工艺流程示意图

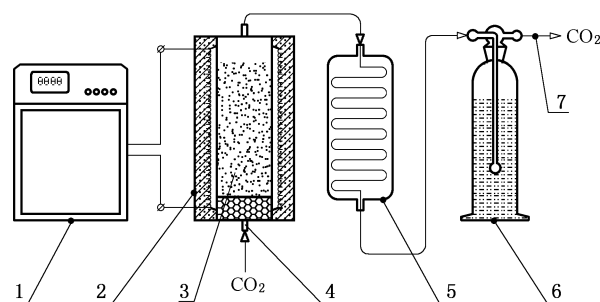
附录 B
(资料性附录)
二氧化碳、氮气气体净化装置

B.1 化学试剂

B.1.1 脱氧剂:3039A 或其他脱氧剂。

B.1.2 硅胶:化学纯(脱水)。

B.1.3 钠石灰:化学纯(脱 CO_2)。

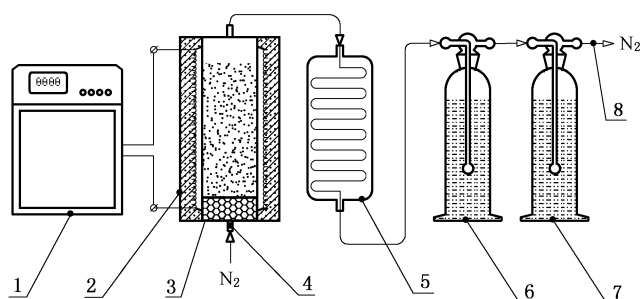
B.2 CO_2 深度脱氧仪(流程图见图 B.1)

说明:

1——电控柜;
2——加热带;
3——脱氧剂;
4—— CO_2 入口;

5——冷却器;
6——洗气瓶(内置硅胶);
7——高纯 CO_2 出口。

图 B.1 CO_2 深度脱氧仪流程图

B.3 N_2 深度脱氧仪(流程图见图 B.2)

说明:

1——电控柜;
2——加热带;
3——脱氧剂;
4—— N_2 入口;

5——冷却器;
6——洗气瓶(内置钠石灰);
7——洗气瓶(内置硅胶);
8——高纯 N_2 出口。

图 B.2 N_2 深度脱氧仪流程图

GB/T 4000—2017

B.4 深度脱氧仪脱氧能力

氧残氧量 $<100 \times 10^{-6}$ 。

附 录 C
(资料性附录)
焦炭水分的快速定量烘干法

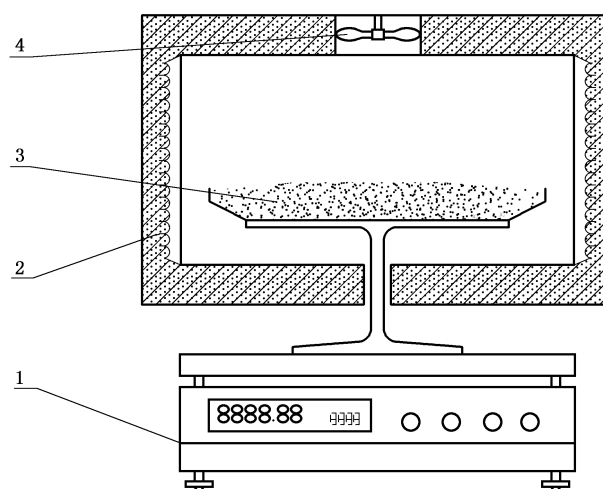
C.1 原理

采用红外辐射加热方式,快速升温,恒重法判断试样烘干完成。

C.2 水分检测

快速水分测定仪结构示意图见图 C.1。

称量范围:0 kg~6 kg;精度: ≤ 0.1 g。



说明:

- 1——电子天平;
- 2——红外烘干箱;
- 3——试样;
- 4——排风扇。

图 C.1 焦炭快速水分测定仪结构示意图

C.3 操作步骤

将制好的试样用缩分器缩分出 1 000 g,放置在快速水分测定仪的托盘上,温度设定在 170 ℃~180 ℃,干燥时间设定为 30 min,检查性干燥时间设定为 5 min,两次质量差不超过 10 g,试验结束后,取出试样,冷却至室温,放入干燥器中备用。

附 录 D
(规范性附录)
试 验 记 录

焦炭反应性及反应后强度试验记录表见表 D.1。

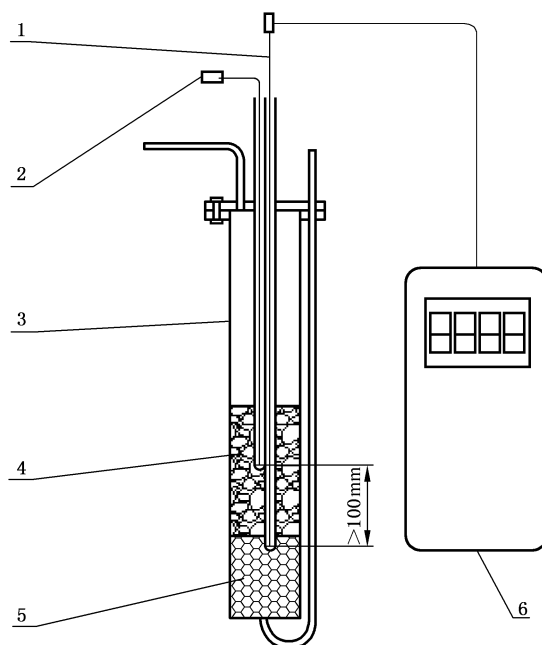
表 D.1 焦炭反应性及反应后强度试验记录

试样名称			
试验日期		开始试验时间	
开通二氧化碳时间		结束试验时间	
试样质量/g		试样粒数/粒	
反应后试样质量/g		反应后试样粒数/粒	
转鼓后试样质量/g		转鼓后试样粒数/粒	
反应性(CRI)/%		反应后强度(CSR)/%	
备注：			

附录 E
(资料性附录)
电炉恒温区检定方法

E.1 设备:焦炭反应性电炉恒温区校准仪。

E.2 反应器:见(图 E.1)测点范围距中心偶 ≥ 100 mm。



说明:

- 1——恒温区检测热电偶;
- 2——控温热电偶;
- 3——反应器;
- 4——试样;
- 5——高铝球;
- 6——温度显示仪。

图 E.1 电炉恒温区检定示意图

E.3 电偶:S型,工业Ⅱ级。

E.4 数显温度计:1℃。

E.5 在试验状态下,电炉控制在 $(1\ 100 \pm 1)^\circ\text{C}$ 。

E.6 操作步骤:将恒温区检测热电偶放到筛板位置,稳定后记录数显温度计温度;然后向上每隔 10 mm,重复上述步骤,测量 15 个点。

参 考 文 献

- [1] GB/T 2006 焦炭机械强度的测定方法
-