

中华人民共和国国家标准

GB/T 4000—2008
代替 GB/T 4000—1996

焦炭反应性及反应后强度 试验方法

Coke—Determination of reactivity and
strength after reaction

2008-08-19 发布

2009-04-01 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

本标准代替 GB/T 4000—1996《焦炭反应性及反应后强度试验方法》。

本标准与 GB/T 4000—1996 相比主要作了以下修改：

……焦炭试样的制样方法修订为颚破与手工修整相结合的制样方法；

……缩小焦炭试样的粒度控制范围；

……实验设备进行改进，以便于维修。

本标准的附录 A 是资料性附录，附录 B 是规范性附录。

本标准由中国钢铁工业协会提出。

本标准由全国钢铁标准化技术委员会归口。

本标准起草单位：武汉钢铁(集团)公司、首钢总公司、冶金工业信息标准研究院、上海市宏兴机械仪器制造有限公司。

本标准起草人：张前香、李东涛、薛改凤、王洪槐、刘尚超、白汉芳、孙伟。

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。

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、试样的采取与制备、试验步骤、结果的计算及精密度。

本标准适用高炉炼铁用焦炭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

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 1997 焦炭试样的采取和制备

GB/T 2006 冶金焦炭机械强度的测定方法

3 原理

称取一定质量的焦炭试样,置于反应器中,在 $100\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 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(CRI)。

反应后焦炭,经I型转鼓试验后,以大于10 mm粒级焦炭占反应后焦炭的质量分数表示焦炭反应后强度(CSR)。

4 试验仪器、设备和材料

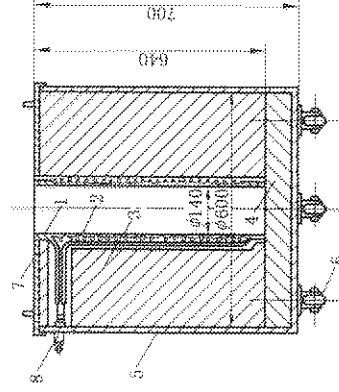
4.1 电炉

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。

4.1.1 底部封闭式加热电炉

炉体结构如图1所示。

单位为毫米



- 1.....高铝外丝管;
- 2.....铁铬铝炉丝;
- 3,4.....轻质高铝砖;
- 5.....炉壳;
- 6.....脚轮;
- 7.....炉盖;
- 8.....绝缘子。

图1 底部封闭式加热电炉

炉膛内径 140 mm, 外径 160 mm, 高度 640 mm(高铝质外丝管)。

加热元件: 使用碳化硅加热元件或者电炉丝。

使用电炉丝时的电炉安装要点: 炉壳底部封闭, 上口敞开, 预先在底板上装好脚轮。在底部铺一层耐火砖, 将绕好电阻丝的外丝管立于底座正中。在外丝管与炉壳间隙之间, 填充轻质高铝砖预制件(由标准尺寸的轻质高铝砖切割)或者保温棉, 炉丝由上下两端引出, 与固定在炉壳上的绝缘子相联接。炉丝引出部分用单孔绝缘管保护好, 切忌相互搭接, 以免造成短路。控温电偶插入反应器中央, 将电炉与控温仪及电源接好。每一台电炉安装完毕即测定恒温区, 使炉膛内 $\pm 5^{\circ}\text{C}$ 温度区长度不小于 150 mm。

使用碳化硅加热元件时的安装要点: 可以使用硅联管或者 6 到 8 根硅碳棒, 接线时尽量在加热元件的同一端接电源, 同时要注意露出的接线端的绝缘保护, 防止触电。

4.1.2 底部开口式加热电炉

炉体结构如图 2 所示。

单位为毫米

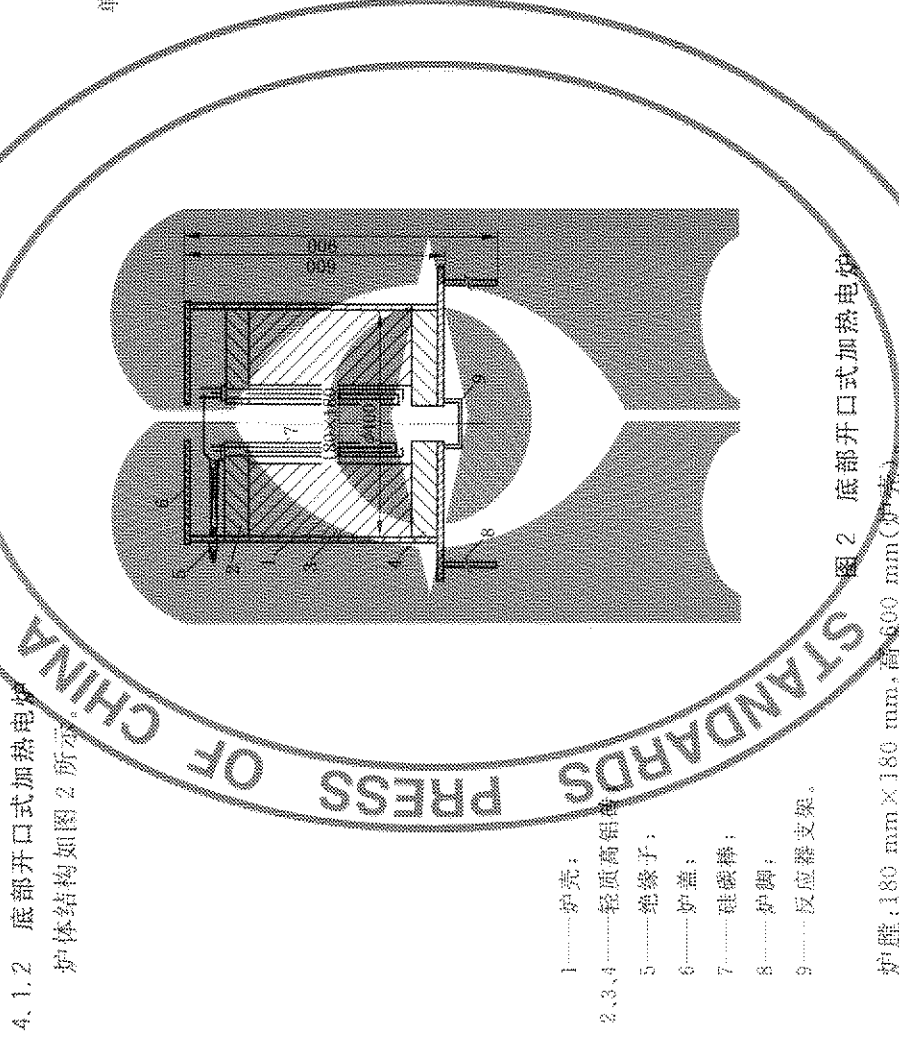


图 2 底部开口式加热电炉

炉壁: 180 mm × 180 mm, 高 600 mm(炉壳)

加热元件: U 型硅碳棒, 四支, 四脚炉膛各一支。

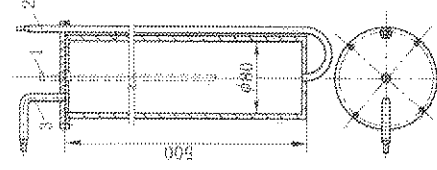
电炉安装要点: 炉壳底部开口, 保证高铝质联管能够通过, 上口敞开; 底部下反应器支架中间开小孔, 使进气管口能够通过, 底板用脚支撑。在底部铺一层耐火砖, 用标准尺寸的轻质高铝砖砌制炉膛, 周围填充保温材料。炉膛顶部开四个孔, 放置硅碳棒。硅碳棒连接线与固定在炉壳上的绝缘子相联接, 盖好上盖。控温电偶插入反应器中央, 将电炉与控温仪及电源接好, 每一台电炉安装完毕即测定恒温区, 使炉膛内 $\pm 5^{\circ}\text{C}$ 温度区长度大于 150 mm。

4.2 反应器

反应器为耐高温合金钢反应器或刚玉质反应器。

4.2.1 耐高温合金钢反应器

结构见图 3, 由耐高温合金钢制成(GH23 或 GH44)。

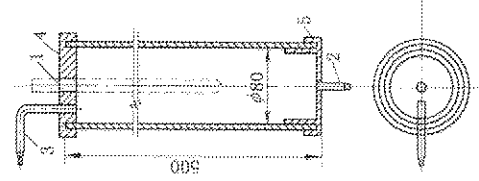


- 1-----中心热电偶套管；
- 2-----进气管；
- 3-----排气管。

图3 耐高温合金钢反应器

4.2.2 刚玉质反应器

结构见图4,由耐高温刚玉管和耐高温合金钢(GH23或GH44)制作。反应筒用耐高温刚玉管,上盖下底用耐高温合金钢制作。与硅碳棒加热电炉配置。此反应器也可全部采用耐高温合金钢(GH23或GH44)制作。

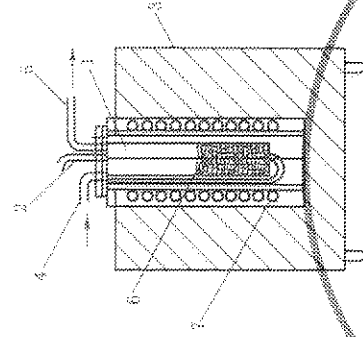


- 1-----中心热电偶插孔；
- 2-----进气管；
- 3-----排气管；
- 4-----盖子；
- 5-----底座。

图4 刚玉质反应器

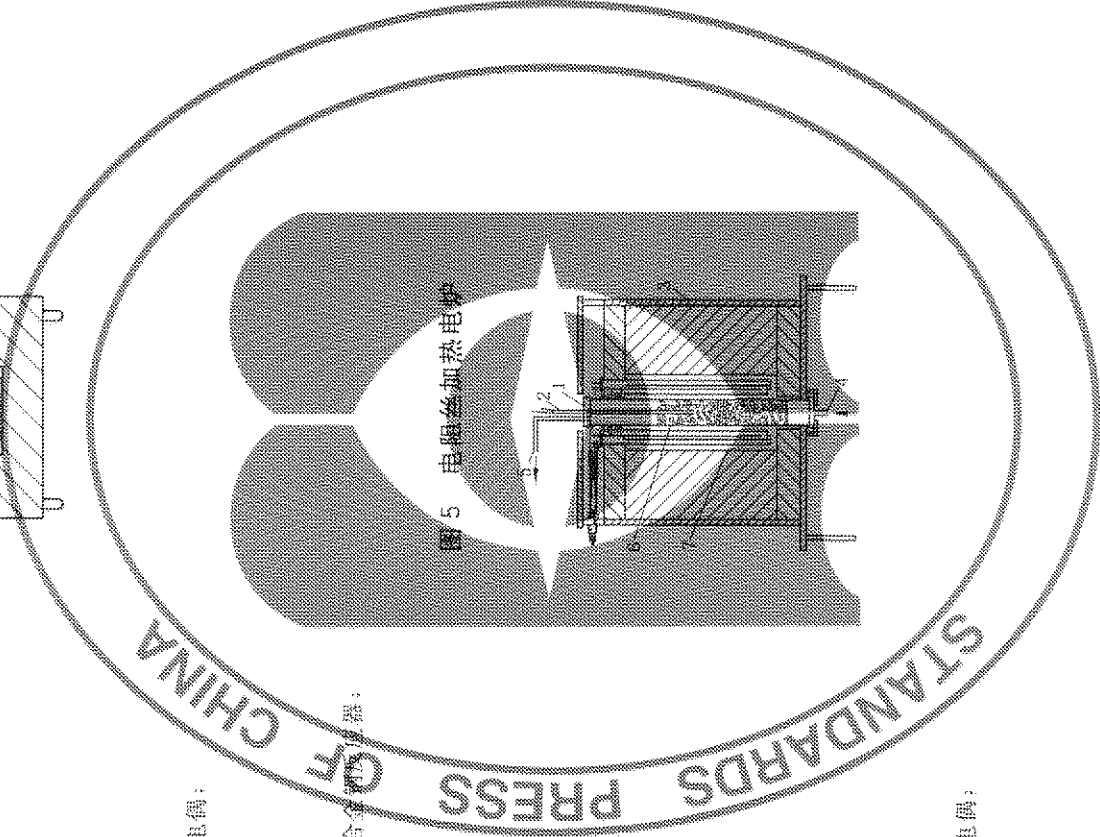
4.2.3 电炉与反应器组装图

电炉丝加热电炉与耐高温合金钢反应器组装图,见图5。
碳化硅加热电炉与刚玉质反应器或耐高温合金钢反应器组装图,见图6。



- 1·····反应器；
- 2·····控温热电偶；
- 3·····电炉；
- 4·····进气孔；
- 5·····排气孔；
- 6·····耐高温合金反应容器；
- 7·····电阻丝。

图5 电炉丝加热电炉



- 1·····反应器；
- 2·····控温热电偶；
- 3·····电炉；
- 4·····进气孔；
- 5·····排气孔；
- 6·····刚玉质反应器或耐高温合金钢反应器；
- 7·····硅碳棒。

图6 硅碳棒加热电炉

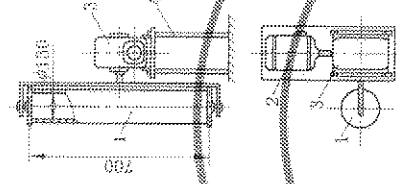
4.3 反应后强度试验设备

4.3.1 1型转鼓：装置见图7，转速 $20\text{ r/min}\pm 1\text{ r/min}$ ，

4.3.1.1 鼓体：用外径 140 mm ，厚 $5\text{ mm}\sim 6\text{ mm}$ 的无缝钢管加工而成。鼓内净长度 700 mm ，鼓盖厚 $5\text{ mm}\sim 6\text{ mm}$ 。

4.3.1.2 减速机：速比50。

- 4.3.1.3 电机:0.75 kW,910 r/min。
- 4.3.2 转鼓控制器:总转数600 r,时间30 min±1 min。



- 1——鼓体;
- 2——马达;
- 3——减速机;
- 4——机架。

图7 转鼓控制图

4.4 二氧化碳净化系统

4.4.1 二氧化碳钢瓶及二氧化碳电加热减压阀。钢瓶内二氧化碳含量达99.99%。二氧化碳电加热减压阀规格:220 V,~25 MPa。

4.4.2 流量计:0.6 m³/h。如使用的流量计不是二氧化碳气体流量计,要经过校正,换算成二氧化碳气体流量。

4.4.3 二氧化碳流量达不到要求时,可以使用附录A中二氧化碳净化措施进行二氧化碳的净化。

4.5 氮气供给系统

4.5.1 氮气钢瓶:压力表。钢瓶内氮气含量达99.99%。

4.5.2 流量计:0.25 m³/h。

4.5.3 氮气含量达不到要求时,可以使用附录A中氮气净化措施进行氮气的净化。

4.6 ϕ 精密温度控制装置。温控范围0℃~1600℃,精度0.5级。

4.7 圆孔筛

ϕ 10 mm 一个,筛框有效直径200 mm。

ϕ 23 mm 一个,筛框有效直径300 mm。

ϕ 25 mm 和 ϕ 23 mm 各一个,筛面400 mm×500 mm,按GB/T 2006中4.2圆孔筛规定制做。

4.8 干燥箱

工作室容积不小于0.07 m³;

最高使用温度:500℃。

4.9 天平

最大称量500 g,感量0.5 g。

4.10 铂-铂热电偶

直径0.5 mm,长度650 mm。

- 高铝质热电偶保护管 A($\phi 7$ mm \times 5 mm \times 400 mm)
- 高铝质双孔绝缘管 D($\phi 4$ mm \times 1 mm \times 400 mm)
- 高铝质单孔绝缘管 C($\phi 1$ mm \times 0.6 mm \times 10 mm)

4.11 板

材质为耐高温合金钢(GH23或GH44),厚2 mm \sim 5 mm,直径79 mm,其上均匀钻直径3 mm的孔,孔间距离5 mm。

4.12 高铝球

直径20 mm。

4.13 架

托架见图8。材质Q235A,三个支管材质为1Gr18Ni9Ti。

单位为毫米

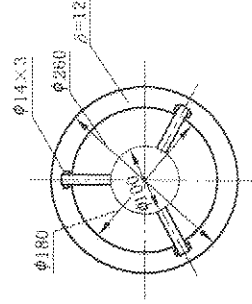


图8 托架

4.14 反应器支架

承放反应器,尺寸、形式自定。

5 试样的采取与制备

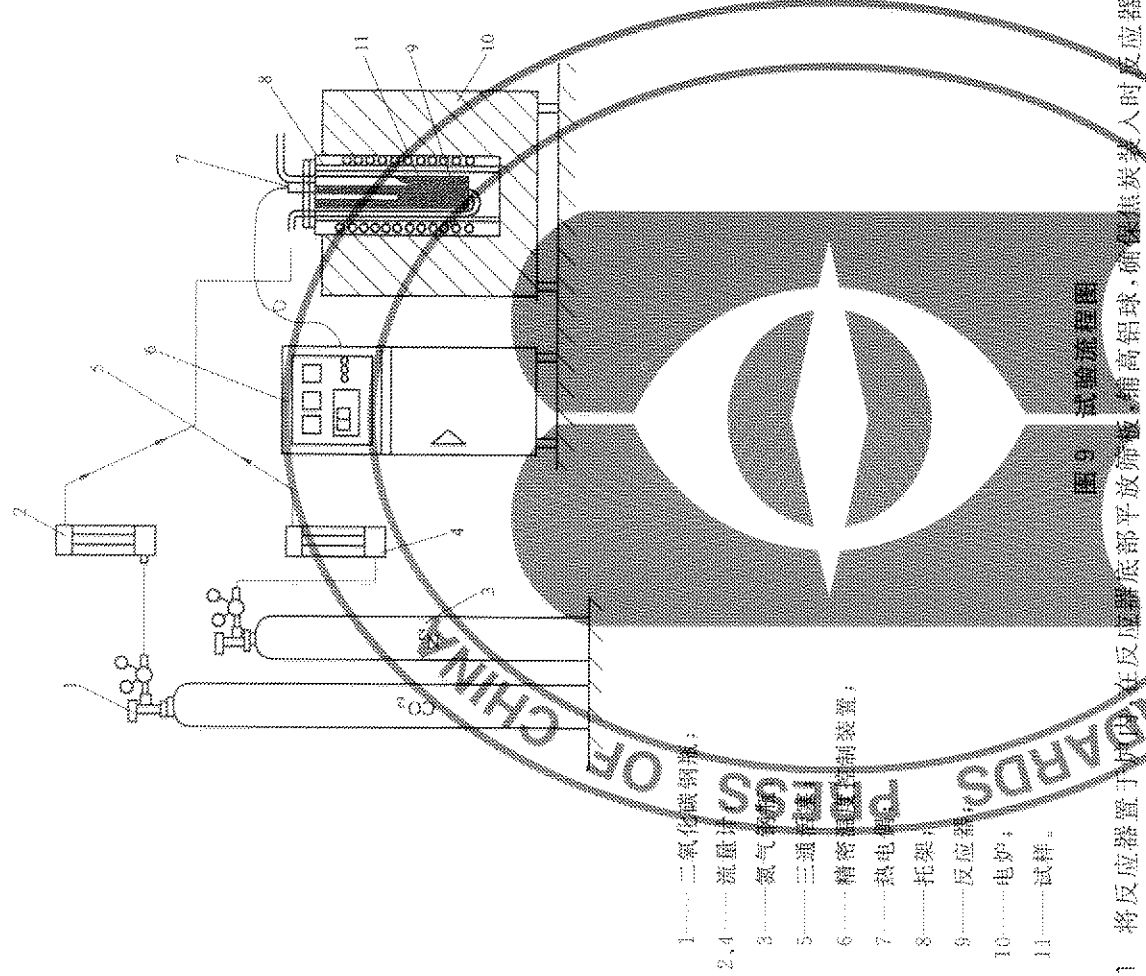
5.1 按 GB/T 1997 规定的取样方法,按比例取不小于25 mm 焦炭20 kg,弃去泡焦和炉头焦。用颚式破碎机破碎、混匀、筛分出10 kg,再用 $\phi 25$ mm、 $\phi 23$ mm 圆孔筛筛分,大于 $\phi 25$ mm 焦炭再破碎、筛分。取 $\phi 23$ mm 筛上物,去掉薄片状焦和细条状焦,保留较厚片状焦和较粗条状焦,并将较厚片状焦和较粗条状焦用手工修整成颗粒状焦块,用 $\phi 23$ mm 圆孔筛筛分后与未经过修整的颗粒状焦块混匀。筛分得焦块2 kg,分两次(每次1 kg)置于I型转鼓中,以20 r/min 的转速,转50 r,取出后再用 $\phi 23$ mm 圆孔筛筛分,将筛上物筛分出900 g 作为试样,用四分法将试样分成四份,每份不少于220 g。

注:试验焦炉的焦炭可用40 mm \sim 60 mm 粒级的焦炭进行制样。

5.2 将制好的试样放入干燥箱,在170 $^{\circ}$ C \sim 180 $^{\circ}$ C 温度下烘干2 h,取出焦炭冷却至室温,用 $\phi 23$ mm 圆孔筛筛分,称取200 g \pm 0.5 g 待用。

6 试验步骤

试验流程见图9。



- 1——二氧化碳钢瓶；
 2,4——流量计；
 3——氮气；
 5——三通；
 6——精密控制装置；
 7——热电偶；
 8——托架；
 9——反应器；
 10——电炉；
 11——试样。

6.1 将反应器置于电炉内，在反应器底部放置高铝球，确保焦炭装入时反应器内的焦炭层处于电炉恒温区内。

6.2 试样装入反应器

6.2.1 当使用耐高温合金反应器时，将准备好的焦炭试样 $200\text{ g} \pm 0.5\text{ g}$ 装入反应器，并记录焦炭颗粒数。热电偶套管插入料层中心位置，然后将该反应器直立，用螺栓将盖与反应器筒体固定。将反应器置于炉顶的托架上吊放在电炉内，托架与电炉盖间放置石棉板隔热。在反应器法兰四周围上保温材料，减少散热。

6.2.2 当使用刚玉质反应器时，装入已准备好的 $200\text{ g} \pm 0.5\text{ g}$ 焦炭试样约一半的颗粒，然后插入热电偶套管，再装入另一半焦炭，将热电偶套管穿过反应器盖子上的中心孔，盖上反应器盖子。四周围上保温材料，减少散热。

6.3 将测高温热电偶插入反应器热电偶套管内（热电偶用高铝质双孔绝缘管及高铝质热电偶保护管保护）。

6.4 将反应器进气管、排气管分别与供气系统、排气系统连接。检查气路，保证严密。

6.5 接通电源，用精密温度控制仪调节电炉加热。升温速度为 $8\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min} \sim 16\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 。当料层中心温度达到 $400\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时，以 $0.8\text{ L}/\text{min}$ 的流量通氮气，保护焦炭，防止其烧损。

6.6 当料层中心温度达到 $1\ 050\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时，接通带预热装置的二氧化碳减压阀的电源插头，预热二氧化碳

气瓶出口处,以保证二氧化碳气体稳定流出。当料层中心温度达到100℃,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100℃±5℃。

6.7 反应2 h,停止加热。切断二氧化碳气路,改通氮气,流量控制在2 L/min。

6.8 试样的冷却

6.8.1 当使用耐高温合金钢反应器时,可拔掉排气管,将反应器从电炉内吊出,放在支架上继续通氮气冷却。

6.8.2 当使用刚玉质反应器时,反应器仍然置于炉内,自然冷却至室温。

6.9 至反应器中的焦炭冷却到100℃以下,停止通氮气。打开反应器上盖,倒出焦炭,称量、记录。

6.10 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。总转数为600 r。然后取出用φ10 mm圆孔筛筛分、称量筛上物质量、记录。

6.11 试验原始数据按附录B中焦炭反应性及反应后强度试验记录表所示的格式记录。

7 结果计算

7.1 焦炭反应性

焦炭反应性指标以损失的焦炭质量占反应前焦炭总质量的百分数表示。焦炭反应性(CRI)按(1)式计算,数值以%表示;

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

式中:

m焦炭试样质量,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

反应后强度指标以转鼓后大于10 mm粒级焦炭占反应后残余焦炭的质量百分数表示。反应后强度(CSR)按(2)式计算,数值以%表示:

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

式中:

m_2转鼓后大于10 mm粒级焦炭质量,单位为克(g);

m_1反应后残余焦炭的质量,单位为克(g)。

7.3 焦炭反应性及反应后强度的试验结果均取平行试验的算术平均值。

8 精密度

焦炭反应性(CRI)及反应后强度(CSR)的重复性 r 不得超过下列数值:

$$\text{CRI}; r \leq 2.4\%$$

$$\text{CSR}; r \leq 3.2\%$$

附录 A
(资料性附录)
二氧化碳、氨气气体净化装置

A.1 二氧化碳气体净化装置

洗气瓶：容积 500 mL，内装浓硫酸($\rho=1.84 \text{ g/mL}$)。

干燥塔：容积 500 mL，内装无水氯化钙。

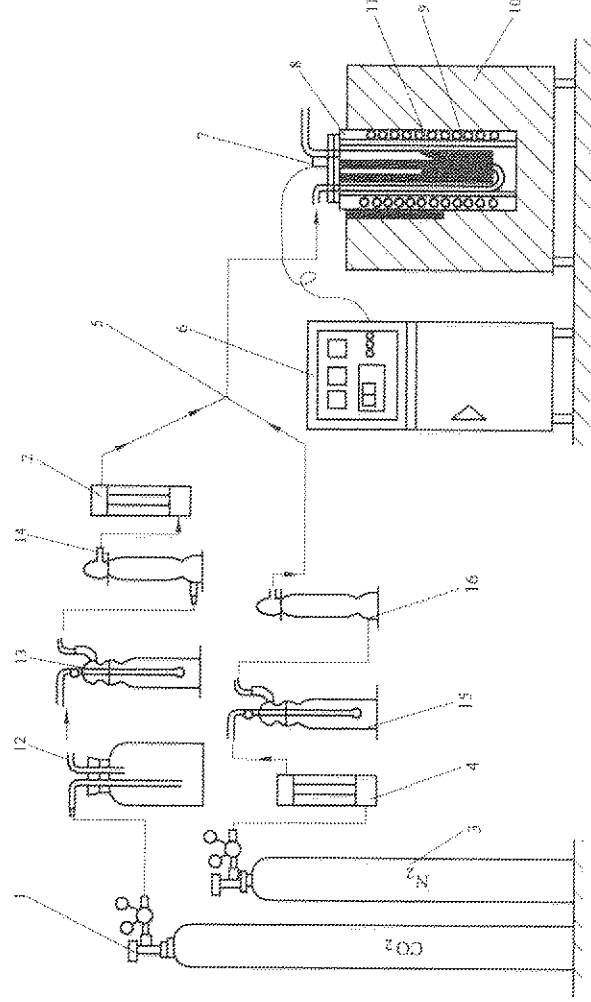
缓冲瓶：容积 6 000 mL。

A.2 氨气气体净化装置

洗气瓶：容积 500 mL，内装焦性没食子酸的碱性溶液。配制方法：5 g 焦性没食子酸溶于 15 mL 水，48 g 氢氧化钾溶于 32 mL 水，两者混合。配制时注意防止空气氧化。

干燥塔：容积 500 mL，内装无水块状氯化钙。

A.3 带二氧化碳、氨气气体净化装置的试验流程图(见图 A.1)



- 1……二氧化碳钢瓶；
- 2,4……流量计；
- 3……氨气钢瓶；
- 5……三通苜蓿；
- 6……精密温度控制装置；
- 7……洗气瓶；
- 8……托架；

- 9……反应器；
- 10……电炉；
- 11……试样；
- 12……缓冲瓶；
- 13……浓硫酸洗气瓶；
- 14,15……干燥塔；
- 16……焦性没食子酸洗气瓶。

图 A.1 带二氧化碳、氨气气体净化装置的试验流程图

附录 B
 (规范性附录)
 焦炭反应性及反应后强度试验记录表

试样名称					备注:
试验日期		开始试验时间			
开始通二氧化碳时间		结束试验时间			
反应后焦炭质量/g		反应性/%			
转鼓后焦炭质量/g		反应后强度/%			
焦炭颗数		操作者			
反应性平均值/%					备注:
反应后强度平均值/%					

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准

焦炭反应性及反应后强度

试验方法

GB/T 4000—2008

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号

邮政编码:100045

网址:www.spc.com.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

各地新华书店经销

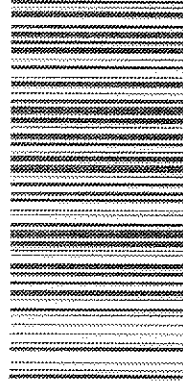
开本 880×1230 1/16 印张 1 字数 20 千字
2008年12月第一版 2008年12月第一次印刷

书号: 155066·1-31804 定价 16.00 元

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)68533533



GB/T 4000—2008