前　言

GB 4000—83 中规定的人工调制焦球的制样方法，消耗工时太多，应以比较科学、简单易行的方法代替，为此，该次修订了制样方法，其他内容按 GB/T 1.1—1993 及有关技术规范进行了编辑性修改。

本标准生效之日起，同时代替 GB 4000—83。

本标准由中华人民共和国冶金工业部提出。

本标准起草单位首钢钢铁研究所。

本标准主要起草人：吴继庭、唐全清、吕劲。

中华人民共和国国家标准

GB/T 4000—1996

焦炭反应性及反应后强度试验方法

代替 GB 4000—83

Coke—Determination of reactivity and strength after reaction

1 范围

本标准规定了测定焦炭反应性及反应后强度的方法提要、试验仪器、设备和材料、试样的采取与制备、试验步骤、试验结果的计算及精密度。

本标准适用高炉炼铁用焦的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 引用标准

下列标准所包括的条文，通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。在标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB 1997—89 焦炭试样的采取和制备

GB/T 2006—94 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 1000±5℃时与二氧化碳反应 2h 后，以焦炭质量损失的百分数表示焦炭反应性(CRI%)。

反应后在焦炭，经 I 型转鼓试验后，大于 10mm 粒级焦炭占反应后焦炭的质量百分数，表示反应后强度(CSR%)。

4 试验仪器、设备和材料

4.1 电炉

炉体结构如图 1。

国家技术监督局 1996-04-05 批准　　1996-10-01 实施

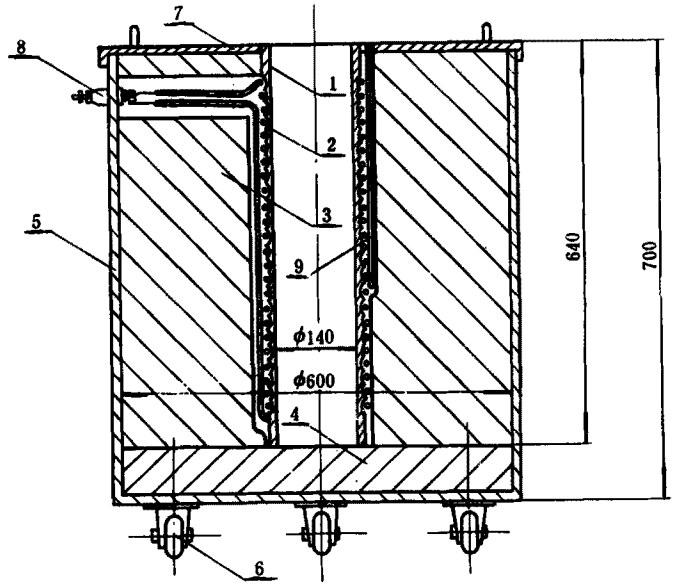

图 1 电炉

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；9—控温热电偶

炉膛内径 140mm，外径 160mm 高度 640mm(高铝质外丝管)。

电炉丝：高温铁铬铝合金电阻丝，最高使用温度 1400℃，直径 2.8mm。

电炉安装要点：炉壳底部封死，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放于底板正中。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制)，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，切忌互相搭接，以免造成短路。在外丝管外侧的保温砖上紧贴炉丝外预先钻一个直径 8mm 的孔，深度自上而下为 350mm。埋设热电偶套管，盖好上盖，插入控温电偶，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 1100±5℃温度区长度大于 150mm。

4.2 反应器

结构如图 2，由耐高温合金钢制成(GH23 或 GH44)。

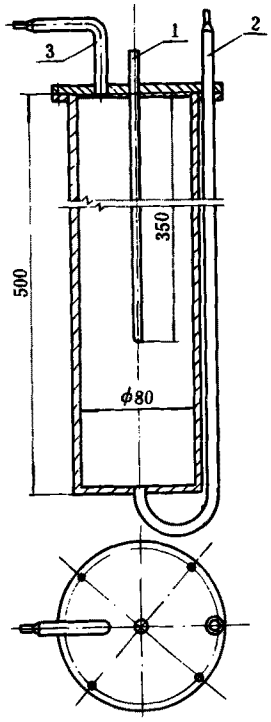

图 2 反应器

1—中心电偶管；2—进气管；3—排气管

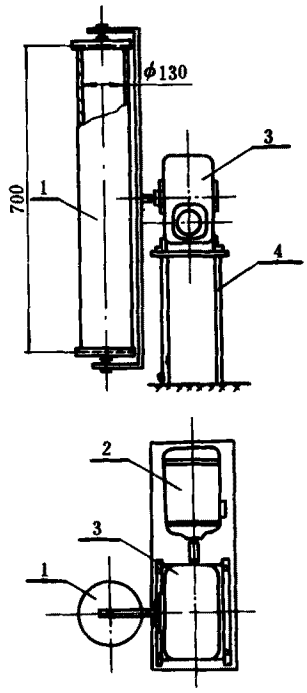

图 3 Ⅰ型转鼓

1—鼓体；2—马达；3—减速机；4—机架

4.3 反应后强度试验设备

4.3.1 Ⅰ型转鼓：装置如图 3。转速 20±1.5r/min。

4.3.1.1 鼓体：用 φ 140mm，厚度 5～6mm 的无缝钢管加工而成。

4.3.1.2 减速机：速比 50(WHT08 型)。

4.3.1.3 电机：0.75kW，910r/min(Y905—6)

4.3.2 转鼓控制器：总转数 600r，时间 30min。

4.4 二氧化碳供给系统

4.4.1 二氧化碳钢瓶及氧压表。钢瓶内二氧化碳含量大于 98%。

4.4.2 转子流量计：0.6m^3/h。

4.4.3 洗气瓶：容积 500mL，内装浓硫酸(ρ=1.84g/mL)。

4.4.4 干燥塔：容积 500mL，内装无水氯化钙。

4.4.5 缓冲瓶：容积 6000mL。

4.5 氮气供给系统

4.5.1 氮气钢瓶及氧压表。钢瓶内氮气含量大于 98%。

4.5.2 转子流量计：0.25m^3/h。

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

4.5.4 干燥塔：容积 500mL，内装无水块状氯化钙。

4.5.5 当使用高纯氮气(氮含量 99.99%)时，洗气瓶 4.5.3 及干燥塔 4.5.4 均不需要。

4.6 精密温度控制装置

温控范围：0～1600℃，精度±0.5℃，不带隔离变压器。

4.7 气体分析仪

简易的气体分析仪或其他准确测定二氧化碳含量的仪器。

4.8 圆孔筛

ϕ 18mm，ϕ 15mm，ϕ 10mm，ϕ 5mm，ϕ 3mm，ϕ 1mm 各一个，筛框直径 ϕ 200mm。

ϕ 21mm 和 ϕ 25mm 各一个，筛面 400mm×500mm，按 GB/T 2006 中第 4.2 条圆孔筛规定制做。

4.9 干燥箱

工作室容积不小于 0.07m³。

最高温度：300℃。

4.10 架盘天平

最大称量 500g，感量 0.5g。

4.11 红外线灯泡

220V，250W。

4.12 铂铑-铂热电偶

直径 0.5mm，长度 700mm

高铝质热电偶保护管 A ϕ 7×5×400(mm)

高铝质双孔绝缘管 D ϕ 4×1×400(mm)

高铝质单孔绝缘管 C ϕ 1×0.6×10(mm)

4.13 筛板

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

4.14 高铝球

直径 20mm。

4.15 托架

如图 4。材质 Q235A，三个支管材质为 1Gr18Ni9Ti。

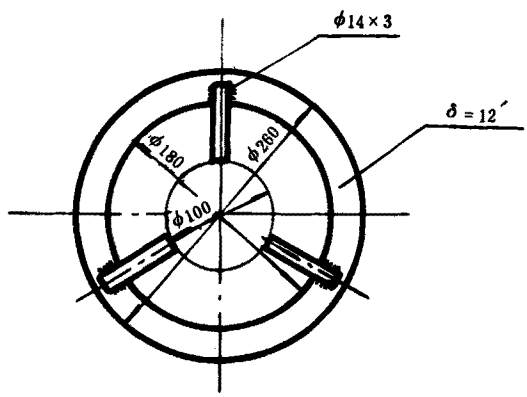

图 4 托架

4.16 反应器支架

承放反应器，尺寸形式任定。

5 试样的采取与制备

5.1 按 GB 1997 规定的取样方法，按比例取大于 25mm 焦炭 20kg，弃去泡焦和炉头焦。用颚式破碎机破碎、混匀、缩分出 10kg，再用 ϕ 25mm、ϕ 21mm 圆孔筛筛分，大于 ϕ 25mm 的焦块再破碎、筛分，取 ϕ 21mm筛上物，去掉片状焦和条状焦，缩分得焦块 2kg，分两次(每次 1kg)置于 I 型转鼓中，以 20r/min 的转速，转 50r，取出后再用 ϕ 21mm 圆孔筛筛分，将筛上物缩分出 900g 作为试样，用四分法将试样分成

四份，每份不少于 220g。

试验焦炉的焦炭可用 40mm～60mm 粒级的焦炭进行制样。

5.2 将制好的试样放入干燥箱，在 170～180℃温度下烘干 2h，取出焦炭冷却至室温，称取 200g±0.5g 待用。

6 试验步骤

试验流程如图 5。

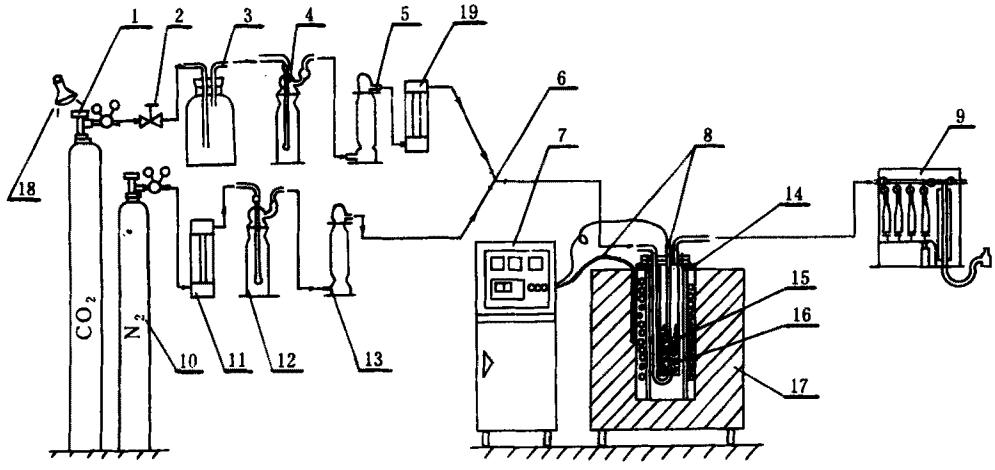

图 5 试验流程图

1—二氧化碳钢瓶；2—针形阀；3—缓冲瓶；4—浓硫酸洗气瓶；5、13—干燥塔；6—玻璃三通活塞；7—精密温度控制装置；8—热电偶；9—气体分析仪；10—氮气钢瓶；11、19—转子流量计；12—焦性没食子酸洗气瓶；14—托架；15—试样；16—反应器；17—电炉；18—红外灯

6.1 在反应器底部铺一层高约 100mm 的高铝球，上面平放筛板。然后装入已备好的焦炭试样 200g±0.5g。注意装样前调整好高铝球高度，使反应器内焦炭层处于电炉恒温区内。将与上盖相连的热电偶套管插入料层中心位置。用螺丝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高铝轻质砖(用标准尺寸高铝轻质砖切成，尺寸随意)，减少散热。

6.2 将反应器进气管、排气管分别与供气系统、排气系统连接。将测温热电隅插入反应器热电隅套管内(热电隅用高铝质双孔绝缘管及高铝质热电隅保护管保护)。检查气路，保证严密。

6.3 接通电源，用精密温度控制装置调节电炉加热。先用手动调节，电流由小到大，在 15min 之内，逐渐调至最大值，然后将按钮拨到自动位置。升温速度为 8～16℃/min。当料层中心温度达到 400℃时，以 0.8L/min 的流量通氮气，保护焦炭，防止其烧损。

6.4 当料层中心温度达到 1050℃时，开红外线灯，预热二氧化碳气瓶出口处。当料层中心温度达到 1100℃时，切断氮气，改通二氧化碳，流量为 5L/min，反应 2h。通二氧化碳后料层温度应在 5～10min 内恢复到 1100±5℃。反应开始 5min 后，在排气系统取气分析，以后每半小时取气一次，分析反应后气体中一氧化碳或二氧化碳含量。

6.5 反应 2h，停止加热。切断二氧化碳气路，改通氮气，流量控制在 2L/min。拔掉排气管。迅速将反应器从电炉内取出，放在支架上继续通氮气，使焦炭冷却到 100℃以下，停止通氮气，打开反应器上盖，倒出焦炭，筛分、称量、记录。

6.6 将反应后的焦炭全部装入 I 型转鼓内，以 20r/min 的转速共转 30min。总转数为 600r。然后取出焦炭筛分、称量、记录各筛级质量。

6.7 试验中所得筛分组成，反应后气体组成，以及其他观察到的现象，按原始记录表做详细记录，并加以分析，作为全面考察焦炭性质时参考。

6.8 试验原始数据按表 1 所示的格式记录。

7 试验结果计算

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样总质量的百分数表示。焦炭反应性 CRI%按(1)式计算

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

式中：m——焦炭试样质量，g；

m_1——反应后残余焦炭质量，g。

7.2 反应后强度

反应后强度指标以转鼓后大于 10mm 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：

$$CSR(\%)=\frac{m_2}{m_1}\times 100 \quad \cdots\cdots (2)$$

式中：m_2——转鼓后大于 10mm 粒级焦炭质量，g。

8 精密度

8.1 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：

CRI：$r\leqslant 2.4\%$，

CSR：$r\leqslant 3.2\%$

8.2 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。

表 1

试样名称：				一			二			试验中观察到的现象
开始试验时间	月 日	月 日		时间	CO_2,%	CO,%	时间	CO_2,%	CO,%	
开始通氮时间（温度 400℃）										
开始通二氧化碳时间（料层温度 1100℃）										
结束试验时间										

反应后焦炭筛分组成					反应后焦炭转鼓试验							
筛级	一		二		筛级	一		二		粒度组成	一	二
mm	质量,g	质量,%	质量,g	质量,%	mm	质量,g	质量,%	质量,g	质量,%	mm	质量,%	质量,%
>18					>18					>18		
>15					>15					18～15		
>10					>10					15～10		
<10					>5					10～5		
总重					>3					5～3		
反应性%					>1					3～1		
					<1					<1		
					总重							
反应性平均值,%					反应后强度,%					<3mm,%		
					反应后强度平均值,%					平均,%		

操作者