



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	II
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 试样的采取和准备	5
6 试验步骤	6
7 结果计算	6
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	10
附录 C（资料性附录）焦炭水分快速定量烘干法	11
附录 D（规范性附录）试验记录	12
附录 E（资料性附录）电炉恒温区检定法	13

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（TC469/SC3）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、钱葵娟、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：

- GB4000—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℃ 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（Coke Reactivity Index，简称为 CRI）。

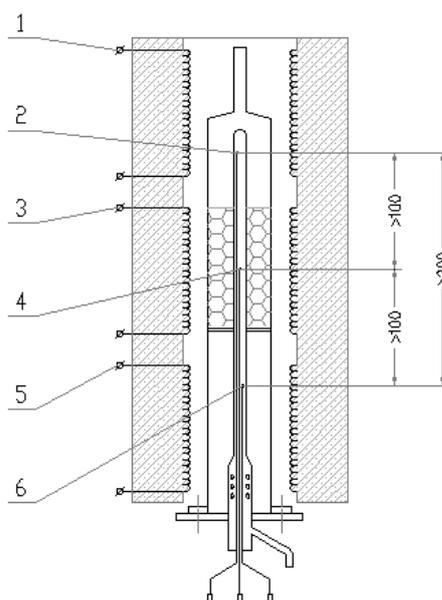
反应后焦炭，经 I 型转鼓试验后，以大于 10mm 粒级的焦炭质量占反应后焦炭质量的百分数表示焦炭反应后强度（Coke Strength After Reaction，简称为 CSR）。

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（1100±3）℃ 恒温区长度不小于 150mm，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（1100±3）℃。也可采用单点测温加热炉，参照附录 A。

单位为毫米



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

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 $(1100 \pm 3)^\circ\text{C}$ 范围之内。

4.2.2 控温仪

4.2.2.1 控制精度： $(1100 \pm 3)^\circ\text{C}$

4.2.2.2 精度等级：不低于 0.2 级。

4.2.3 三点式热电偶（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

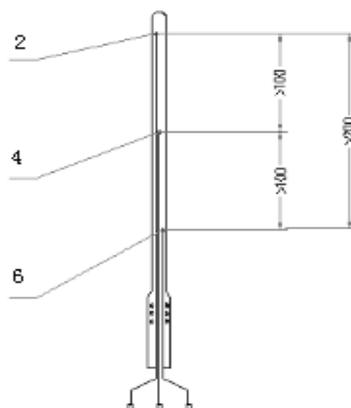


图2 三点式热电偶示意图

4.3 反应器（示意图见图3）

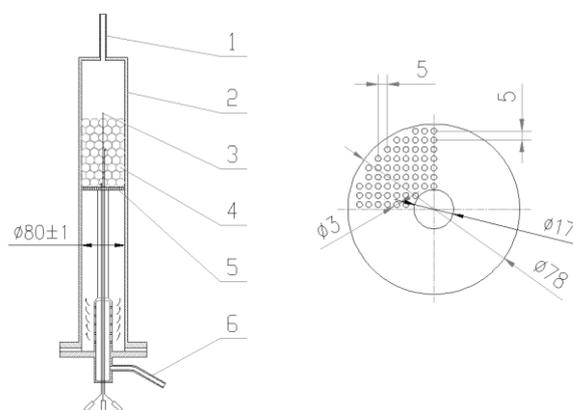
4.3.1 反应管材质：GH3044。

4.3.2 反应管壁厚： $\geq 1.5\text{mm}$ 。

4.3.3 反应管内径： $\Phi 80\text{ mm} \pm 1\text{mm}$ 。

4.3.4 托料筛片： $\Phi 78\text{ mm} \pm 1\text{mm}$ ，其上均匀钻 $\Phi 3\text{mm}$ 的圆孔，孔间距5mm，筛片厚度1.5mm。

单位为毫米



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

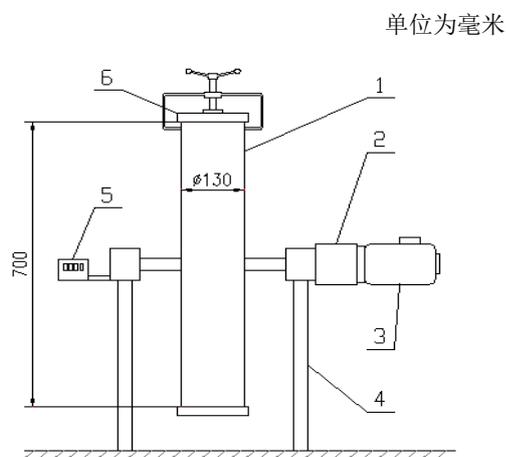
图3 反应器示意图

4.4 I型转鼓（示意图见图4）

4.4.1 恒定转速：20r/min。

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

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



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5L/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℃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5L/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℃和一个大气压）下的体积和流量。

4.7 圆孔筛

$\Phi 10\text{mm}$ ，筛框有效直径200mm。

$\Phi 23\text{mm}$ ，筛框有效直径300mm。

$\Phi 23\text{mm}$ 和 $\Phi 25\text{mm}$ ，筛面400mm \times 500mm，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 0.07m^3 的鼓风干燥箱。

4.9 天平

最大称量不超过 1000g，感量为 0.1g。

4.10 铑-铂热电偶

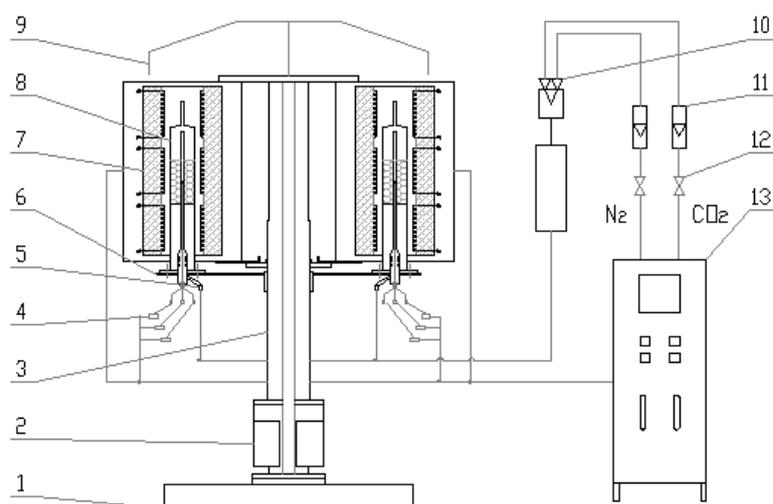
S 型，不低于工业级 II 级，装在耐热保护管中，用来测定和控制试验条件所要求的样品温度。

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。



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/T1997 规定的取样方法，按比例取不小于 25mm 焦炭 60kg，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 23mm~25mm 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 40mm 粒级的焦炭直接制样。

5.4 将制好的试样用缩分器缩分出 900g，在 $170^{\circ}\text{C}\sim 180^{\circ}\text{C}$ 温度下干燥 2h，放入干燥器中冷却至室温，再用 $\Phi 23\text{mm}$ 和 $\Phi 25\text{mm}$ 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 220g，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炭数量，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 0.1g，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℃/min~16℃/min。当料层温度达到 400℃时，以 0.8L/min 的流量通入氮气，防止焦炭烧损。当料层温度达到 1050℃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 1100℃时，稳定 10min，切断氮气，改通二氧化碳，流量为 5L/min，记录开始反应时间。通二氧化碳后料层温度应在 5min~10min 内恢复到 1100℃±3℃。反应 2h，停止加热，切断二氧化碳，改通氮气，流量为 2L/min。

警告：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℃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 0.1g，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 20r/min 的转速共转 30min，总转数 600r，然后取出用 Φ10mm 圆孔筛筛分，称量筛上物质量，精确到 0.1g，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：

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

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：

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

式中：

m_2 ——转鼓后大于 10mm 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数平均值，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)

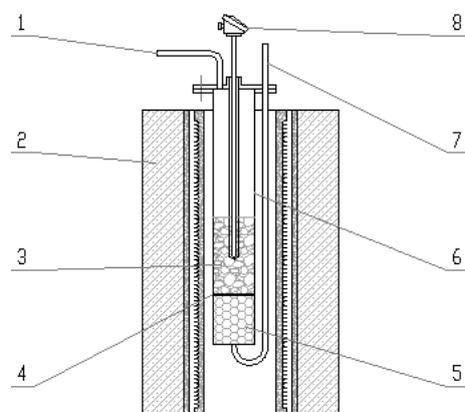
单点测温加热炉

A.1 恒温区温度定期校准

电炉恒温区长度应大于 150mm，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、碳化硅或其它满足试验要求的加热元件均可。



1-出气管；2-炉体；3-试样；4-筛板；5-高铝球（直径约 10mm）；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： $(1100 \pm 3) ^\circ\text{C}$

精度等级：不低于 0.2%FS。

A.4 热电偶：

S 型或其它满足条件电偶，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

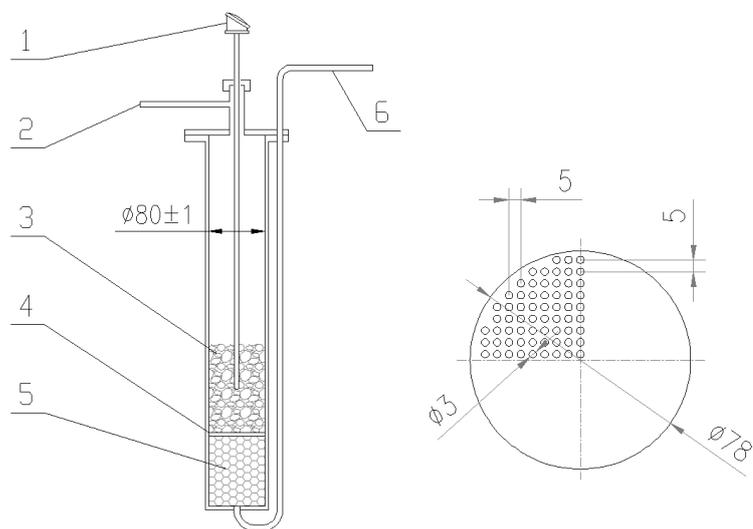
反应器壁厚： $\geq 1.5\text{mm}$

反应器内径： $\Phi 80 \pm 1\text{ mm}$

反应器长度：500mm

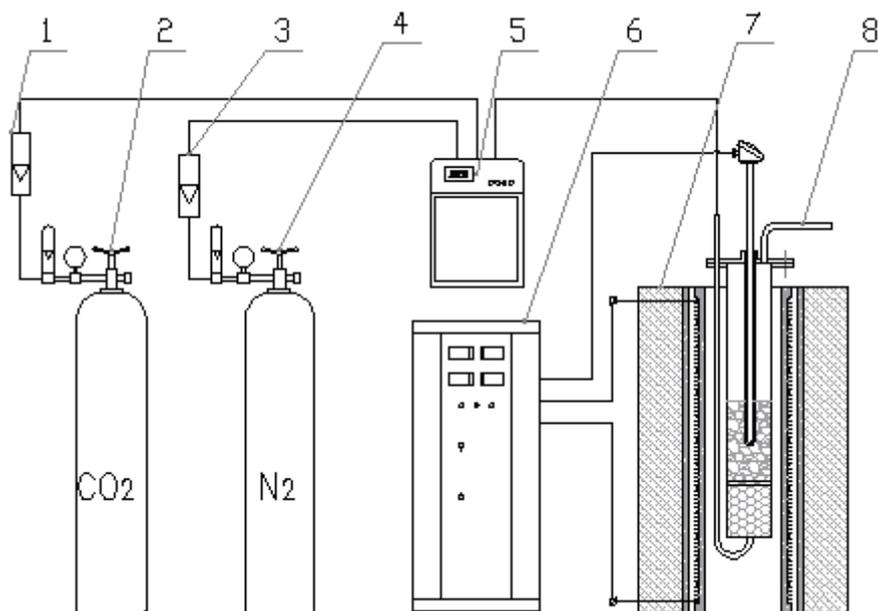
A.6 单点测温加热炉焦炭反应性检测系统

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。



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



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

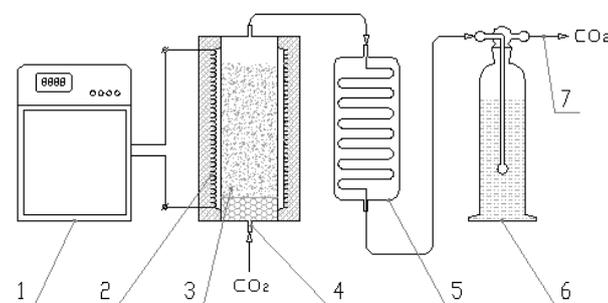
B. 1 化学试剂:

B.1.1 脱氧剂: 3039A 或其它脱氧剂。

B.1.2 硅胶: 化学纯(脱水)

B.1.2 钠石灰: 化学纯(脱 CO₂)

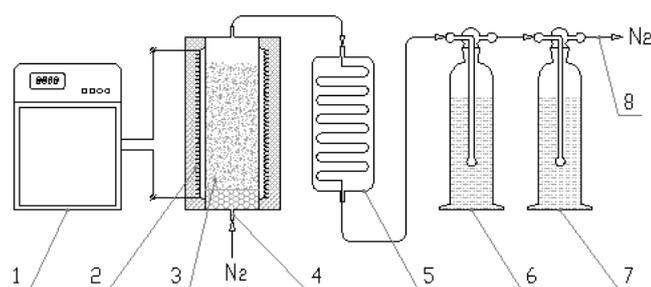
B. 2 CO₂深度脱氧仪(流程图见图 B. 1)



1-电控柜; 2-加热带; 3-脱氧剂; 4-CO₂入口; 5-冷却器; 6-洗气瓶(内置硅胶); 7-高纯 CO₂出口

图 B. 1 CO₂深度脱氧仪流程图

B. 3 N₂深度脱氧仪(流程图见图 B. 2)



1-电控柜; 2-加热带; 3-脱氧剂; 4-N₂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 N₂出口

图 B. 2 N₂深度脱氧仪流程图

B. 4 深度脱氧仪脱氧能力

氧残氧量 $< 100 \times 10^{-6}$ 。

附录 C

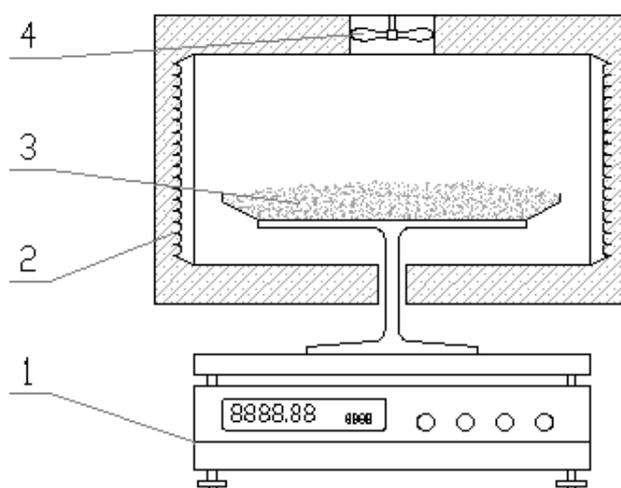
(资料性附录)

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 C.1。

称量范围：0~6kg；精度： $\leq 0.1\text{g}$ 。



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 1000g，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 30min，检查性干燥时间设定为 5min，两次质量差不超过 10g，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

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:			

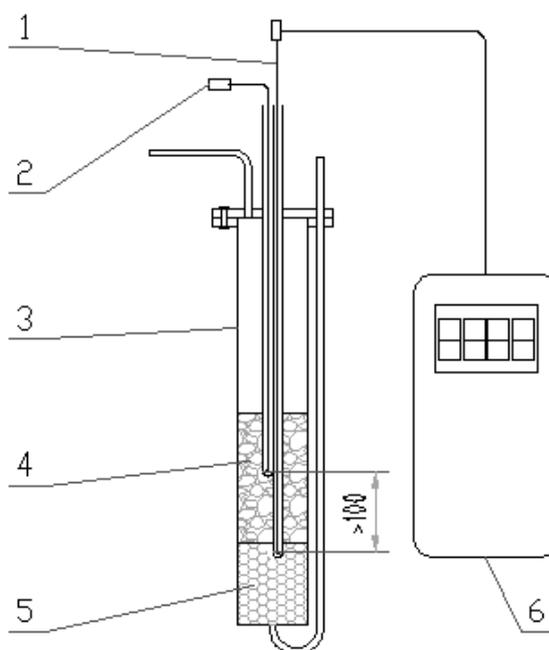
附录 E

(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 $\geq 100\text{mm}$ 。



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°C 。

E.5 在试验状态下，电炉控制在 $(1100 \pm 1)^{\circ}\text{C}$ 。

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 10mm，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