

---

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО  
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

---



НАЦИОНАЛЬНЫЙ  
СТАНДАРТ  
РОССИЙСКОЙ  
ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р  
54250—  
2010  
(ИСО 18894:2006)

---

Кокс

**ОПРЕДЕЛЕНИЕ РЕАКЦИОННОЙ СПОСОБНОСТИ  
КОКСА (CRI) И ПРОЧНОСТИ КОКСА ПОСЛЕ  
РЕАКЦИИ (CSR)**

ISO 18894:2006  
Coke — Determination of coke reactivity index (CRI) and coke  
strength after reaction (CSR)  
(MOD)

Издание официальное



Москва  
Стандартинформ  
2011

## Предисловие

Цели и принципы стандартизации в Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. № 184-ФЗ «О техническом регулировании», а правила применения национальных стандартов Российской Федерации — ГОСТ Р 1.0—2004 «Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения»

### Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Федеральным государственным унитарным предприятием «Восточный научно-исследовательский углехимический институт» (ФГУП «ВУХИН») на основе перевода на русский язык стандарта ИСО 18894:2006 «Кокс. Определение индекса реакционной способности (CRI) и прочности кокса после взаимодействия (CSR)». Русская версия подготовлена ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» и зарегистрирована 31.11.2007 г. № 3167/ИСО

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 395 «Кокс и продукты коксохимии»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 23 декабря 2010 г. № 1051-ст

4 Настоящий стандарт является модифицированным по отношению к международному стандарту ИСО 18894:2006 «Кокс. Определение индекса реакционной способности (CRI) и прочности кокса после реакции (CSR)» [ISO 18894:2006 «Coke — Determination of coke reactivity index (CRI) and coke strength after reaction (CSR)»]. При этом дополнительные слова (фразы, приложение E), включенные в текст стандарта для учета потребностей национальной экономики, выделены курсивом. При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных международных стандартов соответствующие им национальные стандарты Российской Федерации и межгосударственные стандарты

### 5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет*

© Стандартиформ, 2011

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

## Содержание

1 Область применения . . . . .	1
2 Нормативные ссылки . . . . .	1
3 Термины и определения . . . . .	1
4 Сущность метода . . . . .	2
5 Реактивы . . . . .	2
6 Аппаратура . . . . .	3
7 Подготовка пробы для испытания . . . . .	3
8 Проведение испытания . . . . .	4
9 Обработка результатов . . . . .	5
10 Точность метода . . . . .	5
11 Оформление результатов испытаний . . . . .	7
Приложение А (обязательное) Аппарат для измерения реакционной способности типа А с одинарной стенкой . . . . .	8
Приложение Б (обязательное) Аппарат для измерения реакционной способности типа В с двойной стенкой . . . . .	9
Приложение В (обязательное) Барабан для испытания кокса на прочность после реакции . . . . .	10
Приложение Г (справочное) Определение показателя истираемости . . . . .	11
Приложение Д (справочное) Значение предела воспроизводимости . . . . .	12
Приложение Е (рекомендуемое) Проверка повторяемости метода по пековому коксу . . . . .	13



**Поправка к ГОСТ Р 54250—2010 (ИСО 18894:2006) Кокс. Определение реакционной способности кокса (CRI) и прочности кокса после реакции (CSR)**

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Пункт 5.1. После первого абзаца	—	Допускается вместо азота применение аргона той же степени чистоты
Пункт 8.2. Пятый абзац	с расходом (10±0,25) дм/мин	с расходом (5±0,25) дм/мин
Пункт 10.2.3, таблица 2, го- ловка	CRI	CSR

(ИУС № 3 2013 г.)

Кокс

ОПРЕДЕЛЕНИЕ РЕАКЦИОННОЙ СПОСОБНОСТИ КОКСА (CRI) И ПРОЧНОСТИ КОКСА ПОСЛЕ РЕАКЦИИ (CSR)

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

Дата введения — 2012—07—01

## 1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает требования к оборудованию и методы определения реакционной способности кокса с размером кусков 20 мм и более в газообразной двуокиси углерода при повышенных температурах и прочность кокса после реакции с двуокисью углерода при обработке его во вращающемся цилиндрическом барабане (далее — барабане).

## 2 Нормативные ссылки

ГОСТ Р 8.585—2001 Государственная система обеспечения единства измерений. Термолары. Номинальные статические характеристики преобразования

ГОСТ Р 51568—99 (ИСО 3310-1—90) Сита лабораторные из металлической проволочной сетки. Технические условия (ISO 3310-1:2000. Test sieves — Technical requirements and testing — Part 1: Test sieves of metal wire cloth, MOD)

ГОСТ 8929—75 Кокс каменноугольный. Метод определения прочности

ГОСТ 23083—78 Кокс каменноугольный, пековый и термоантрацит. Методы отбора и подготовки проб для испытаний\*

ГОСТ 27588—91 (ИСО 579—81) Кокс каменноугольный. Метод определения общей влаги (ИСО 579—81, MOD)

Примечание — при пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте национального органа Российской Федерации по стандартизации в сети Интернет или по ежегодно издаваемому информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

## 3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **показатель истирания** (abrasion value): Потеря коксом устойчивости к истиранию после реакции с двуокисью углерода при испытании реакционной способности, выраженная как процентное содержание кокса, прошедшего через сито с размером отверстий 0,5 мм после испытания на прочность во вращающемся барабане при соблюдении условий, установленных настоящим стандартом.

Примечание — См. приложение Г.

\* В настоящее время стандарты ИСО на отбор проб не введены на территории Российской Федерации, поэтому вместо них использована ссылка на настоящий межгосударственный стандарт, который распространяется на тот же объект и аспект стандартизации.

3.2 **показатель реакционной способности кокса, CRI (coke reactivity index CRI):** Выраженная в процентах потеря массы кокса после реакции с двуокисью углерода с образованием окиси углерода в условиях, установленных настоящим стандартом.

3.3 **порция (test portion):** Представительная часть пробы, непосредственно подвергаемая испытанию.

3.4 **прочность кокса после реакции с двуокисью углерода, CSR (coke strength after reaction CSR):** Прочность кокса после реакции с двуокисью углерода при испытании реакционной способности CRI, измеренная как процентное содержание остатка на сите с размером отверстий 10,0 или 9,5 мм после испытания на прочность во вращающемся барабане при соблюдении условий, установленных настоящим стандартом.

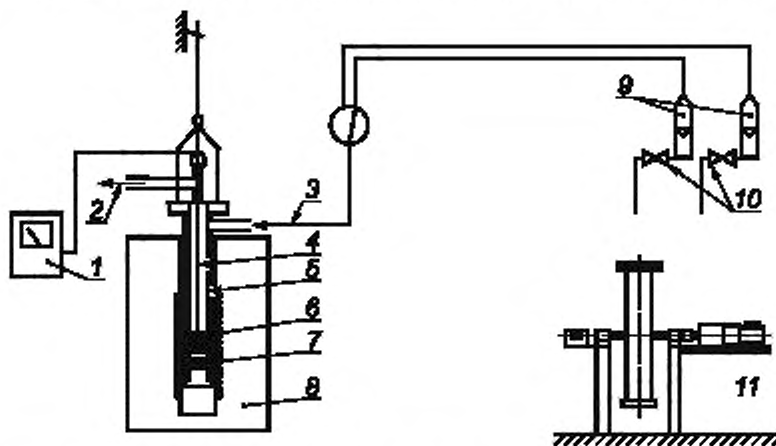
## 4 Сущность метода

Подготовленную для испытаний порцию кокса (часть сухой пробы), с размером частиц от 19,0 до 22,4 мм нагревают в камере реактора до 1100 °С в атмосфере азота. Для проведения испытания атмосферу азота заменяют на двуокись углерода ровно на 2 ч. После испытания реакционную камеру остужают приблизительно до 50 °С в атмосфере азота. Показатель реакционной способности (CRI) определяют как разность масс порции кокса до и после реакции с двуокисью углерода, выраженную в процентах от массы порции до реакции.

Оставшийся (нереагировавший) кокс обрабатывают в барабане специальной конструкции, делающим 600 оборотов за 30 мин. Показатель прочности кокса после реакции (CSR) определяют путем просева и взвешивания кокса, оставшегося на сите с размером отверстий 10,0 или 9,5 мм.

Пример установки для испытаний приведен на рисунке 1.

**Примечание** — Размер частиц кокса после реакции с двуокисью углерода составляет около 20 мм и менее 5 мм, но не около 10 мм. При вращении кокса в барабане обычно происходит истирание частиц размером около 20 мм по краям, но не дробление на куски. Экспериментально установлено, что для просева прореагировавшего кокса могут быть использованы сита с размером отверстий 10,0 или 9,5 мм, так как расхождения значений прочности при использовании сит с обоими размерами отверстий находится в пределах точности настоящего стандарта.



1 — плоттер для записи температуры; 2 — выход газа в вытяжную трубу; 3 — вход газа; 4 — термопара; 5 — реакционная камера; 6 — слой порции кокса; 7 — слой керамических шариков; 8 — печь с электрическим обогревом; 9 — расходомеры; 10 — регулирующие клапаны; 11 — вращающийся барабан

Рисунок 1 — Пример устройства испытательного аппарата

## 5 Реактивы

5.1 Азот повышенной чистоты с объемной долей азота не менее 99,9 %, сухой, с суммой массовых долей кислорода и двуокиси углерода ( $\text{CO}_2 + \text{O}_2$ ) не более 100 мг/кг.

5.2 Двуокись углерода высшего сорта с объемной долей двуокиси углерода не менее 99,5 % и массовой долей кислорода не более 100 мг/кг.

## 6 Аппаратура

6.1 Печь с электрическим обогревом (см. приложения А и Б), в которой можно разместить реакционную камеру с испытываемой порцией кокса, обеспечивающая равномерную температуру  $(1100 \pm 3)^\circ\text{C}$  в центре испытываемой порции. Зона равномерной температуры должна быть не менее чем в три раза длиннее, чем высота образца.

Желательно, чтобы нагрев печи регулировался независимо в трех зонах для достижения равномерности обогрева в реакторе.

6.2 Реакционная камера (см. приложения А и Б), изготовленная из термостойкой стали или никелевого сплава с размерами, позволяющими разместить ее внутри выбранной электрической печи.

Испытуемая порция кокса помещается на перфорированную пластину внутри реакционной камеры. Под этой перфорированной пластиной находится вторая перфорированная пластина, на которой в качестве подогревателя газа помещен слой керамических  $\text{Al}_2\text{O}_3$  шариков, который рассеивает и подогревает азот и двуокись углерода, которые вводятся в камеру и продуваются сквозь слой кокса в ходе испытания. Обе перфорированные пластины закреплены между двумя комплектами кронштейнов. Газ поступает через впускные патрубки на дне и выходит через выпускные патрубки, расположенные наверху реакционной камеры.

Реакционная камера должна быть размещена в электропечи таким образом, чтобы образец кокса находился строго в центре зоны равномерной температуры нагрева печи.

6.3 Расходомеры постоянного перепада давления, расходомеры с переменной площадью проходного сечения или, предпочтительно, массовые расходомеры, используемые для постоянного контроля за потоком азота и двуокиси углерода во время испытания. Точность расхода газа как азота, так и двуокиси углерода должна составлять  $\pm 5\%$ .

Давления газов, проходящих через расходомеры, должны поддерживаться в соответствии с инструкцией изготовителя на калибровку.

*Примечание* — Колебания расхода газа могут вызвать изменчивость результатов испытаний.

6.4 Термопара, платинородий-платина тип S (платина — платинородий с 10 % родия по массе), в соответствии с требованиями ГОСТ Р 8.585 используемая для измерения и регулирования температуры порции кокса, которая должна задаваться согласно условиям испытания. Термопара помещается в защитный чехол из термостойкой стали, никелевого сплава или керамический. Защитный чехол должен быть газонепроницаемым и предотвращать загрязнение термопары газообразными продуктами, ведущее к неточности измерений. Защитный чехол крепится к центру крышки так, чтобы конец термопары находился строго в центре слоя кокса по диаметру.

6.5 Сита с квадратными отверстиями по ГОСТ Р 51568 с размером отверстий 9,5 или 10,0 мм, 19,0 и 22,4 мм. Если выполняется испытание на истирание (см. приложение Г), то требуются также сита с размером отверстий 0,5 мм.

6.6 Весы с точностью до 0,1 г.

6.7 Вращающийся барабан (см. приложение В) со счетчиком оборотов и реле времени.

## 7 Подготовка пробы для испытаний

*Отбор проб кокса по ГОСТ 23083. При необходимости пробу сокращают без измельчения до требуемой массы.*

Измельчают приблизительно 50 кг пробы кокса с типичным ситовым составом на щековой или валковой дробилке. Размер щели дробилки подбирают таким образом, чтобы выход фракции от 19,0 до 22,4 мм составил от 10 % до 30 %. Для подбора размера щели используют часть кокса, оставшуюся после сокращения общей пробы.

Масса пробы, необходимой для испытаний, зависит от следующих факторов:

а) минимальная масса пробы, необходимая для испытания, определяется минимальной массой фракции с размером кусков от 19,0 мм до 22,4 мм, которая должна составлять 1000 г;

б) масса пробы крупного кокса должна быть достаточной, чтобы обеспечить его представительность. Поэтому часть пробы, массой менее 50 кг, может использоваться только в случае гарантии ее представительности, что отражается в отчете об испытаниях.

*Рекомендуется использовать пробу кокса крупностью более 25 мм после испытания прочности в барабане по ГОСТ 8929. Эта проба является представительной, поскольку отобрана от валовой пробы пропорционально ситовому составу кокса и достаточно велика для того, чтобы получить нужное для испытаний количество фракции от 19,0 до 22,4 мм.*



Пробу кокса после дробления просеивают на ситах с размером отверстий 22,4 и 19,0 мм. Кокс, оставшийся на сите 22,4 мм, возвращают на дробление, повторяя эту операцию до тех пор, пока остаток на сите составит не более 3 % массы пробы, подвергнутой измельчению. Отбрасывают фракции менее 19,0 мм и более 22,4 мм.

Полученную фракцию кокса от 19,0 до 22,4 мм высушивают до влажности менее 1 %, в соответствии с ГОСТ 27588. Снова просеивают измельченную и просеянную пробу на ситах 22,4 и 19 мм и удаляют мелочь. Измельченную и просеянную пробу делят на образцы массы около 1000 г.

В качестве варианта проба (фракция от 19,0 до 22,4 мм) может быть разделена на образцы массой около 1000 г перед сушкой и просеиванием.

Полученные образцы делят на порции массой около 200 г каждая. Для каждого испытания готовят порцию массой (200 г  $\pm$  2) г, которую взвешивают с точностью до 0,1 г. Окончательная масса регулируется путем замены более легких и более тяжелых кусков кокса в порции.

**Примечание** — Регистрация количества кусков в каждой порции может помочь при сопоставлении результатов серии испытаний.

## 8 Проведение испытания

### 8.1 Количество испытаний

Проводят не менее двух испытаний.

### 8.2 Определение CRI (индекса реакционной способности кокса)

**ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ!** Отходящий из реактора газ при подаче двуокиси углерода  $\text{CO}_2$  насыщен окисью углерода  $\text{CO}$  и поэтому опасен. Он должен сжигаться или отводиться в вентиляционную трубу. Необходимо предусмотреть меры предосторожности, касающиеся горячей поверхности реакционной камеры, нагревающейся до 1100 °С.

Предварительно нагревают печь до температуры, которая позволит помещенной в нее реакционной камеры с пробой достичь (1100  $\pm$  3) °С в течение от 30 до 40 мин. Перед помещением реакционной камеры в электрическую печь в нее загружают взвешенную пробу кокса таким образом, чтобы термопара была вертикально расположена, и перемещают термопару (внутри чехла) по высоте, закрепляя таким образом, чтобы ее спай находился по высоте в середине слоя загруженного кокса (на половине высоты испытываемой пробы над перфорированной пластиной). Перед загрузкой в печь реакционную камеру продувают током азота со скоростью (10  $\pm$  0,5) дм/мин в течение 5 мин.

Не прекращая тока азота, помещают реакционную камеру в печь так, чтобы центр коксовой загрузки располагался в центре зоны равномерного нагрева, и доводят температуру образца до (1100  $\pm$  3) °С в течение от 30 до 40 мин.

При подогреве реакционной камеры с пробой до 1100 °С регулирование температуры с точностью  $\pm$  3 °С в минуту не требуется. Регулирование температуры требуется только во время испытания.

После достижения температуры (1100  $\pm$  3) °С выдерживают реакционную камеру при этой температуре 10 мин в токе азота и затем переключают газовую систему на подачу двуокиси углерода с расходом (10  $\pm$  0,25) дм/мин. После переключения газовой системы на двуокись углерода температура падает (эндотермическая реакция). Тепловая мощность печи должна быть такой, чтобы первоначальная температура (1100  $\pm$  3) °С восстанавливалась в течение 10 мин.

**Примечание** — Перепад температуры может быть минимизирован путем повышения температуры в печи до переключения на двуокись углерода. Для неизвестных образцов кокса величина этого повышения может быть предварительно установлена экспериментально.

После продувки кокса двуокисью углерода в течение 120 мин газовый поток на 5 мин переключают на подачу азота с расходом (10  $\pm$  0,5) дм/мин для очистки реакционной камеры от остатков двуокиси углерода. Извлекают реакционную камеру из печи и охлаждают на воздухе до температуры ниже 50 °С, не прекращая подачу азота в камеру. После охлаждения извлекают испытанную порцию из реакционной камеры, взвешивают прореагировавший кокс с точностью до 0,1 г и рассчитывают показатель реакционной способности (CRI) в соответствии с 9.1.

### 8.3 Определение прочности кокса после реакции

Переносят весь прореагировавший кокс в барабан, закрывают и проверяют герметичность крышки барабана. Включают барабан на 30 мин при скорости вращения  $(20 \pm 0,1)$  мин<sup>-1</sup>. Барабан должен остановиться после 600 оборотов.

Извлекают весь кокс из барабана. Просеивают на сите 10,0 или 9,5 мм и взвешивают оставшийся на сите кокс с точностью до 0,1 г. Рассчитывают показатель прочности кокса после реакции (CSR) в соответствии с 9.2.

## 9 Обработка результатов

### 9.1 Показатель реакционной способности кокса

Показатель реакционной способности кокса CRI, % по массе, определяют по формуле

$$\text{CRI} = 100 \frac{m_0 - m_1}{m_0}, \quad (1)$$

где  $m_0$  — масса пробы до реакции, г;  
 $m_1$  — масса пробы после реакции, г.

### 9.2 Прочность кокса после реакции

Прочность кокса после реакции CSR, % по массе, определяют по формуле

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

где  $m_2$  — масса фракции более 10,0 мм или 9,5 мм после вращения в барабане, г;  
 $m_1$  — масса пробы после реакции, г.

## 10 Точность метода

### 10.1 Обеспечение правильности

Для получения стабильно воспроизводимых результатов испытаний систематически проводят проверку оборудования и средств измерений.

- а) Подготовка проб для испытаний:
  - 1) сита;
  - 2) весы.
- б) Испытание на реакционную способность:
  - 1) реакционная камера;
  - 2) расход газа;
  - 3) термопара;
  - 4) таймер.
- в) Испытания прочности кокса:
  - 1) состояние вращающегося барабана;
  - 2) скорость вращения;
  - 3) счетчик оборотов;
  - 4) сита;
  - 5) весы.

Для проверки рекомендуется использовать калиброванное оборудование и периодически готовить и использовать внутренний эталонный материал для периодической проверки повторяемости и воспроизводимости результатов испытаний (см. приложения Д и Е).

### 10.2 Предел повторяемости

#### 10.2.1 Общее положение

Результаты дубликатных измерений, выполненных в условиях повторяемости, то есть в одной и той же лаборатории, одним оператором, на одной и той же аппаратуре в течение короткого промежутка времени на представительных порциях, взятых из одной и той же анализируемой пробы, не должны отличаться на значения более, чем указанные в таблицах 1 и 2.

#### 10.2.2 Показатель реакционной способности кокса

Для парного результата значение предела  $[x_1 - x_2]$  определяет необходимость проведения дополнительных испытаний, как показано в таблице 1 и в помещенных ниже комментариях.

Т а б л и ц а 1 — Критерии многократных определений реакционной способности (CRI)

CRI	Предел $[x_1 - x_2]$		
	А	В	С
До 10 включ.	—	—	—
Свыше 10 до 20 »	2,0	2,5	2,7
» 20 » 30 »	2,5	3,2	3,5
» 30 » 40 »	3,0	4,0	4,5
» 40 » 60 »	3,5	5,0	5,5
» 60	—	—	—

## а) Два результата испытаний:

- Если предел  $[x_1 - x_2]$  менее или равен А, усредняют два результата.
- Если предел  $[x_1 - x_2]$  более А и предел  $[x_1 - x_2]$  менее или равен В, проводят третье испытание.
- Если предел  $[x_1 - x_2]$  более В, проводят еще два испытания.

## б) Три результата испытаний:

- Если  $X_{\max} - X_{\min}$  менее или равно В, усредняют три результата.
- Если  $X_{\max} - X_{\min}$  более В, выполняют четвертое испытание.

## в) Четыре результата испытаний:

- Если  $X_{\max} - X_{\min}$  менее или равно С, усреднить четыре результата.
- Если  $X_{\max} - X_{\min}$  более С, отбраковывают  $X_{\max}$  и  $X_{\min}$  и усредняют оставшиеся два резуль-

тата.

Среднее значение результата определения округляют до первого десятичного знака.

**10.2.3 Прочность кокса после реакции**

Для парных результатов значение предела  $[x_1 - x_2]$  определяет необходимость проведения дополнительных испытаний, как показано в таблице 2 и комментариями к перечислениям а)–с).

Т а б л и ц а 2 — Критерии многократных определений прочности кокса после реакции (CSR)

CRI	Предел $[x_1 - x_2]$		
	А	В	С
Свыше 80	—	—	—
» 70 до 80 включ.	2,0	2,5	2,7
» 60 » 70 »	2,5	3,2	3,5
» 50 » 60 »	3,0	4,0	4,5
» 30 » 50 »	3,5	5,0	5,5
30 и менее	—	—	—

## а) Два результата испытаний:

- Если предел  $[x_1 - x_2]$  менее или равен А, усредняют два результата.
- Если предел  $[x_1 - x_2]$  более А и предел  $[x_1 - x_2]$  менее или равен В, проводят третье испытание.
- Если предел  $[x_1 - x_2]$  более В, проводят еще два испытания.

## б) Три результата испытаний:

- Если  $X_{\max} - X_{\min}$  менее или равен В, усреднить три результата.
- Если  $X_{\max} - X_{\min}$  более В, выполнить четвертое испытание.

## в) Четыре результата испытаний:

- Если  $X_{\max} - X_{\min}$  менее или равен С, усреднить четыре результата.
- Если  $X_{\max} - X_{\min}$  более С, отбраковать  $X_{\max}$  и  $X_{\min}$  и усреднить оставшиеся два результата.

Среднее значение результата определения округляют до первого десятичного знака.

## 11 Оформление результатов испытаний

Отчет о результатах испытаний должен включать следующую информацию:

- а) ссылка на настоящий стандарт;
- б) идентификация испытуемой пробы;
- в) размер отверстий сита, используемого для определения CSR (10,0 или 9,5 мм);
- г) результаты определений;
- д) масса пробы, если она меньше, чем 50 кг;
- е) дата проведения испытания.

## Аппарат для измерения реакционной способности типа А с одинарной стенкой

## А.1 Печь с электрическим обогревом

Печь с электрическим обогревом должна вмещать внутри себя блок с реакционной камерой и иметь проектную мощность, способную поддерживать температуру образца кокса в центре загрузки на уровне  $(1100 \pm 3)$  °С в течение всего испытания. Зона равномерной температуры должна как минимум в три раза превышать высоту слоя образца.

## А.2 Реакционная камера

Реакционная камера должна быть выполнена из термостойкой стали или никелевого сплава и иметь размеры: минимальная длина — 230 мм; внешний диаметр от 84 до 90 мм; внутренний диаметр —  $(78 \pm 1)$  мм.

Пример реакционной камеры типа А представлен на рисунке А.1

Испытуемая порция кокса размещается на перфорированной пластине внутри реакционной камеры. Под этой пластиной находится вторая перфорированная пластина, на которой в качестве подогревателя газа размещен слой керамических  $Al_2O_3$  шариков (диаметром приблизительно 10 мм), которые одновременно рассеивают и подогревают подаваемые в камеру азот и двуокись углерода, продуваемые сквозь слой кокса в ходе испытания. Высота подогревателя около 80 мм. Для предотвращения утечки газа между крышкой и корпусом реакционной камеры устанавливают прокладку. Газ поступает через впускные патрубки на дне и выходит через выпускной патрубок, расположенный наверху реакционной камеры.

Реакционную камеру устанавливают таким образом, чтобы находящийся в ней образец кокса находился в центре зоны регулируемой температуры печи.

Термопара находится в чехле из термостойкой стали или сплава никеля или в керамической защитной трубке. Чехол служит в качестве центрирующей направляющей и обычно крепится к центру крышки для облегчения правильной установки спая термопары. Конец термопары устанавливается в центре реакционной камеры на высоте, соответствующей половине высоты слоя образца кокса над перфорированной пластиной. Изменение плотности испытуемого образца кокса может привести к изменению высоты слоя кокса в реакционной трубке, поэтому необходимо регулировать положение наконечника термопары.

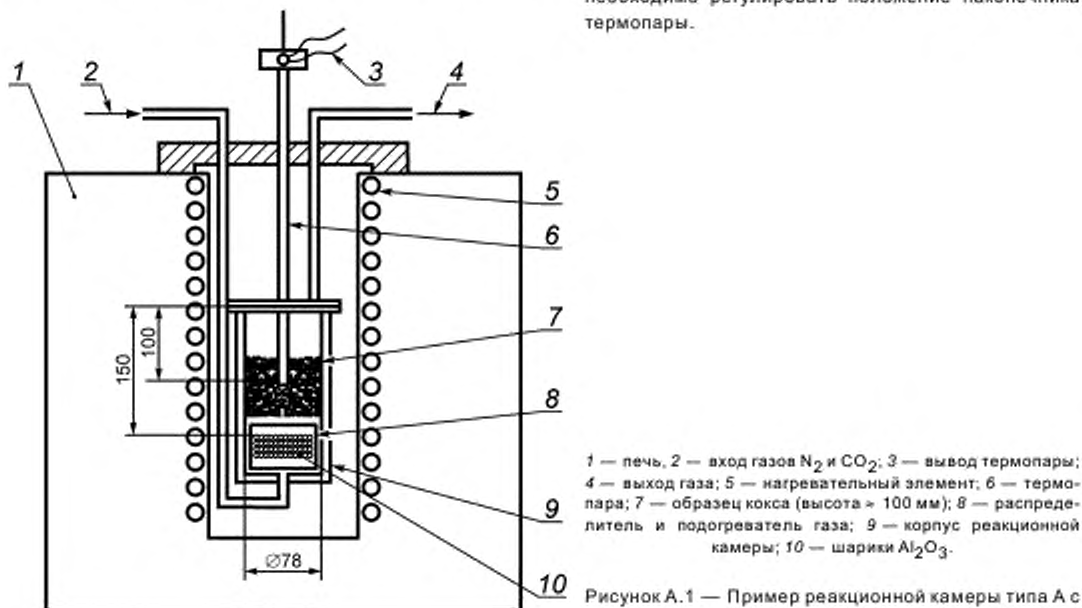


Рисунок А.1 — Пример реакционной камеры типа А с одинарной стенкой и схема испытательной установки

Приложение Б  
(обязательное)

Аппарат для измерения реакционной способности типа В с двойной стенкой

Б.1 Печь с электрическим обогревом

Печь с электрическим обогревом должна вмещать внутри себя реакционную камеру и иметь проектную мощность, способную поддерживать температуру образца кокса, замеренную в центре загрузки, на уровне  $(1100 \pm 3)^\circ\text{C}$  в течение испытания. Зона равномерной температуры должна как минимум в три раза превышать высоту слоя образца.

Б.2 Реакционная камера

Реакционная камера должна быть изготовлена из термостойкой стали или никелевого сплава со следующими размерами:

- длина зависит от длины печи;
- внутренний диаметр внутренней трубки  $(78 \pm 1)$  мм.

Пример реакционной камеры типа В представлен на рисунке Б.1.

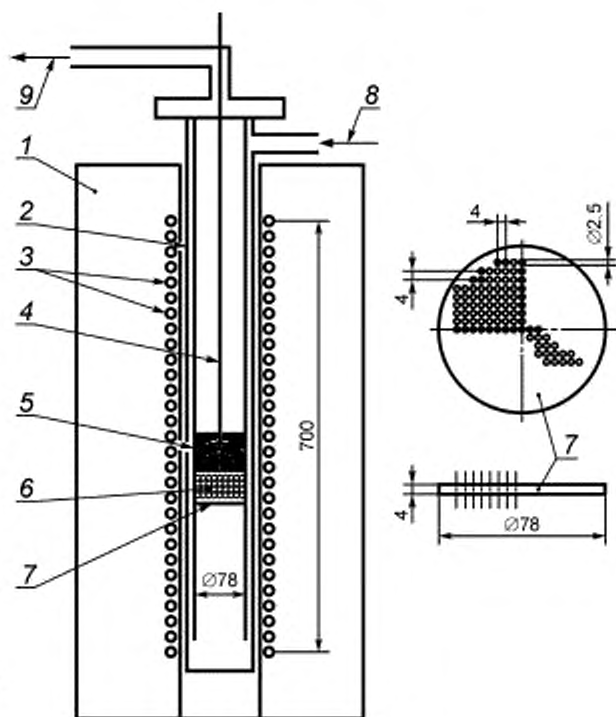
Испытуемый кокс помещают на перфорированную пластину внутри реакционной камеры. Под этой пластиной находится вторая перфорированная пластина, на которой в качестве подогревателя газа размещен слой керамических шариков  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , которые рассеивают и подогревают подаваемые в реакционную камеру азот и двуокись углерода, продуваемые сквозь слой кокса в ходе испытания. Высота подогревателя около 80 мм. Для предотвращения утечек газа вставляют уплотнение между крышкой и корпусом реакционной трубки.

Газ поступает через впускной патрубок в боковой верхней части реакционной камеры, проходит вниз между двумя стенками цилиндра, направляется в центр реакционной камеры, затем вверх через образец кокса, и выходит сверху. Реакционную камеру устанавливают таким образом, чтобы образец кокса в трубке располагался в центре зоны регулируемой температурной печи. Конiec термопары устанавливают в центре реакционной трубки на высоте, соответствующей половине высоты слоя образца кокса над перфорированной пластиной.

Размеры перфорированной пластины:  
диаметр отверстия — 2,5 мм; расстояние между отверстиями — 4 мм; количество отверстий — 241; общая площадь отверстий —  $11,8 \text{ см}^2$ ; толщина пластины — 4 мм

1 — печь (10 кВт); 2 — реакционная камера;  
3 — нагревательный элемент; 4 — термопара;  
5 — проба кокса; 6 — слой керамических шариков (высота 80 мм); 7 — перфорированная пластина;  
8 — входной патрубок газа; 9 — выходной патрубок газа

Рисунок Б.1 — Пример реакционной камеры типа В с двойной стенкой и схема испытательной установки



Приложение В  
(обязательное)

**Барaban для испытания кокса на прочность после реакции**

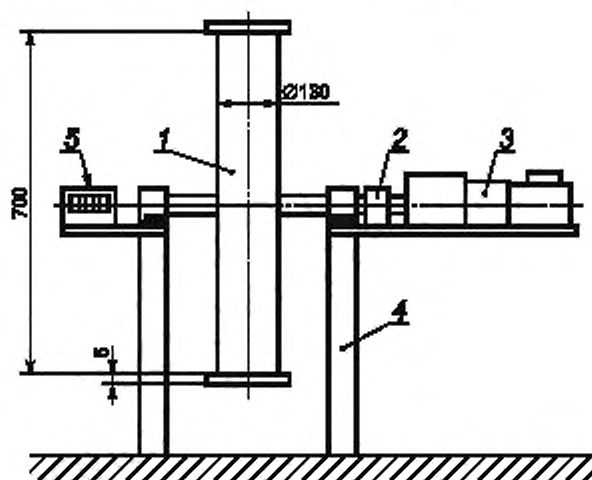
В.1 Барабан снабжен приводом для вращения, счетчиком оборотов и реле времени. Привод должен быть рассчитан точно на 600 оборотов за 30 мин при  $(20 \pm 0,1) \text{ мин}^{-1}$ . Остановка барабана происходит строго после 600 оборотов.

В.2 Размеры барабана:

- длина внутренней цилиндрической камеры —  $(700 \text{ мм} \pm 1) \text{ мм}$ ;
- внутренний диаметр —  $(130 \text{ мм} \pm 1) \text{ мм}$ ;
- толщина стенок цилиндрической камеры — 5 мм;
- минимальная толщина торцевых крышек — 6 мм.

На внутренней поверхности цилиндра и на торцевых крышках не должно быть каких-либо инородных элементов (например, головок болта).

На рисунке В.1 представлен барабан для испытания прочности кокса.



1 — барабан; 2 — предохранительная фрикционная муфта; 3 — электродвигатель;  
4 — удлиненная муфта; 5 — счетчик оборотов

Рисунок В.1 — Барабан для испытания прочности кокса

Приложение Г  
(справочное)

## Определение показателя истираемости

**Г.1 Определение**

Показатель истираемости характеризует устойчивость кокса к механическому разрушению и выражается количеством фракции размером менее 0,5 мм (мелочи), полученной после обработки в барабане прореагировавшего кокса.

**Г.2 Проведение испытания**

Кокс, после испытания в барабане прошедший через сито с размером отверстий 10 или 9,5 мм, вторично просеивают через сито 0,5 мм и взвешивают.

Показатель истираемости рассчитывают по формуле Г.1.

**Г.3 Обработка результатов**

Показатель истираемости  $AV$ , % по массе, вычисляют по формуле

$$AV = 100 \frac{m_3}{m_1}, \quad (\text{Г.1})$$

где  $m_3$  — масса фракции менее 0,5 мм после обработки в барабане, г,  
 $m_1$  — масса образца после реакции, г.



**Приложение Д**  
**(справочное)**

**Значение предела воспроизводимости**

Д.1 Проверка сходимости данных и особенно значения предела воспроизводимости — очень длительный и дорогостоящий процесс. Проверка данных проводилась в процессе трех специальных испытаний. В серии испытаний 22 участниками проводились испытания подготовленных образцов кокса крупностью от 19,0 до 22,4 мм. Поэтому данные, указанные в настоящем приложении, не содержат ошибок, связанных с рассевом. Из трех анализируемых проб приемлемые результаты были получены только для двух проб кокса с CSR более 55 (согласованные значения CSR 64,3 и 63,3). Однако дополнительно представленные данные для кокса с CSR менее 55 (согласованное значение CSR — 35,3) являются только приблизительными.

**Примечание** — Критерии для определения воспроизводимости на основе анализа, проводимого в одной лаборатории, не учитывались, так как количество испытуемых проб, на которых проводились измерения в ходе специального испытания, описанного выше, было недостаточным. Поэтому было решено представить в справочном приложении только значение предела воспроизводимости.

Д.2 Средние значения результатов двукратных измерений, произведенных в каждой из двух лабораторий на представительных порциях, взятых из одной и той же испытуемой пробы, полностью и по правилам подготовленной, не должны отличаться от значений, указанных в таблице Д.1.

Т а б л и ц а Д.1 — Значение предела воспроизводимости

CRI		CSR	
значение	предел	значение	предел
Более 33	5 <sup>а)</sup>	Менее 55	8 <sup>а)</sup>
Менее 33	3,5	Более 55	4,5
<sup>а)</sup> Только приблизительные значения.			

Среди других критериев (например, температурный режим, расход газа, качество подготовки проб) рассев является определяющим. На результаты отсева сильно влияют характеристики встряхивателя для сит. Поэтому в случаях, когда необходимо сравнить результаты двух или более лабораторий в коммерческих или технологических целях, они должны использовать идентичные условия отсева, чтобы получить сравнимые результаты при испытаниях одной и той же выборки.

Приложение Е  
(рекомендуемое)

**Проверка повторяемости метода по пековому коксу**

*Е.1 Для оценки пригодности применяемой аппаратуры, правильности ее монтажа и правильности выполнения процедур испытания целесообразно применять пековый кокс. При исключении из пробы зубчатой части пековый кокс достаточно однороден по структуре, что в значительной мере уменьшает погрешности, связанные с отбором и подготовкой проб. Пековый кокс имеет малую зольность, что исключает влияние количества и состава золы на результат испытания. Поскольку пековый кокс изготавливают по одной и той же технологии и из сырья, близкого по составу, независимо от производителя, он обладает примерно одинаковой реакционной способностью. Это делает пековый кокс хорошим материалом для настройки и последующей проверки методики.*

*Е.2 Получают или отбирают количество пекового кокса из расчета получения материала на 20—30 испытаний. На каждое испытание должно быть подготовлено не менее 1 кг пробы в соответствии с разделом 7.*

*Е.3 В порцию для испытаний отбирают вручную 200—210 г кусков пекового кокса, однородных по внешнему виду, беззубчатых участков. Количество кусков следует зафиксировать на срок, пока полученный материал не будет израсходован.*

*Е.4 Выполнение испытаний и расчеты проводятся в соответствии с настоящим стандартом.*

*Е.5 Повторяемость.*

*При испытании пекового кокса с величиной показателя  $CR_I$  составляет от 30 % до 40 % устанавливается абсолютное значение предела повторяемости результатов (допускаемое расхождение двух параллельных измерений в условиях повторяемости при доверительной вероятности 0,95), равное для  $CR_I$  2,8 %, для  $CSR$  — 5,4 %.*

*Если эти показатели достигнуты, можно считать, что аппаратура пригодна для испытаний, а квалификация оператора удовлетворительна.*

Ключевые слова: каменноугольный кокс, метод определения, размер кусков, прочность кокса, реакция с двуокисью углерода, показатель истираемости

---

Редактор *Н.О. Грач*  
Технический редактор *Н.С. Гришанова*  
Корректор *И.А. Королева*  
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 28.09.2011. Подписано в печать 26.10.2011. Формат 60 × 84  $\frac{1}{8}$ . Гарнитура Ариал.  
Усп. печ. л. 2,32. Уч.-изд. л. 1,70. Тираж 104 экз. Зак. 1015.

---

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.  
[www.gostinfo.ru](http://www.gostinfo.ru) [info@gostinfo.ru](mailto:info@gostinfo.ru)

Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.

Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.



**Поправка к ГОСТ Р 54250—2010 (ИСО 18894:2006) Кокс. Определение реакционной способности кокса (CRI) и прочности кокса после реакции (CSR)**

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Пункт 5.1. После первого абзаца	—	Допускается вместо азота применение аргона той же степени чистоты
Пункт 8.2. Пятый абзац	с расходом $(10 \pm 0,25)$ дм <sup>3</sup> /мин	с расходом $(5 \pm 0,25)$ дм <sup>3</sup> /мин
Пункт 10.2.3, таблица 2, го- ловка	CRI	CSR

(ИУС № 3 2013 г.)