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

gost.e-ecolog.ru

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 Е), 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

© Стандартинформ, 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

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

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. Термопары. 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 seves — 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.

Издание официальное

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.

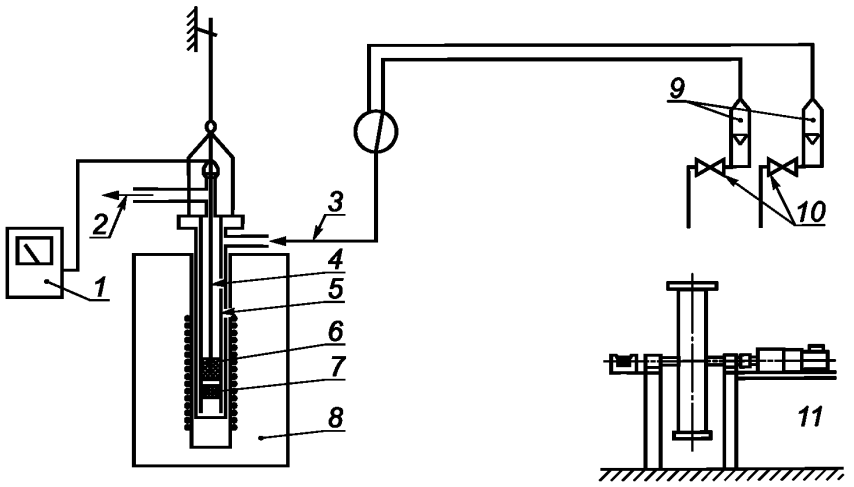
4 Сущность метода

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 (непрореагировавший) кокс обрабатывают в барабане специальной конструкции, делающим 600 оборотов за 30 мин. Показатель прочности кокса после реакции (CSR) определяют путем рассева 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 рассева 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 (CO_2 + 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 испытуемой порцией кокса, обеспечивающая равномерную температуру (1100 ± 3) °С в центре испытуемой 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 Al_2O_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 ± 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 ± 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 CO_2 насыщен окисью углерода 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 ± 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 испытуемой пробы над перфорированной пластиной). Перед загрузкой в печь реакционную камеру продувают током азота со скоростью (10 ± 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 ± 3) °С в течение от 30 до 40 мин.

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

После достижения температуры (1100 ± 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 ± 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 ± 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 ± 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 ± 0,1) мин$^{-1}$. 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

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

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

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

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.

Таблица 1 — Критерии многократных определений реакционной способности (CRI)

CRI	Предел $[x_1 - x_2]$		
	A	B	C
До 10 включ.	—	—	—
Свыше10 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 результата.

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).

Таблица 2 — Критерии многократных определений прочности кокса после реакции (CSR)

CRI	Предел $[x_1 — x_2]$		
	A	B	C
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.

Приложение А
(обязательное)

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 ± 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;

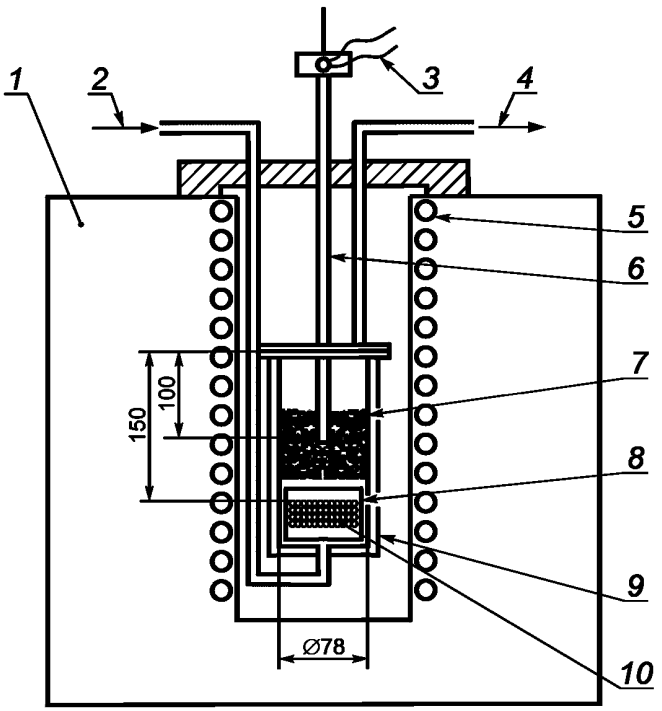
внутренний диаметр — (78 ± 1) мм.

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.



1 — печь; *2* — вход газов N_2 и CO_2; *3* — вывод термопары; *4* — выход газа; *5* — нагревательный элемент; *6* — термопара; *7* — образец кокса (высота ≈ 100 мм); *8* — распределитель и подогреватель газа; *9* — корпус реакционной камеры; *10* — шарики Al_2O_3.

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 ± 3) °С в течение испытания. Зона равномерной температуры должна как минимум в три раза превышать высоту слоя образца.

Б.2 Реакционная камера

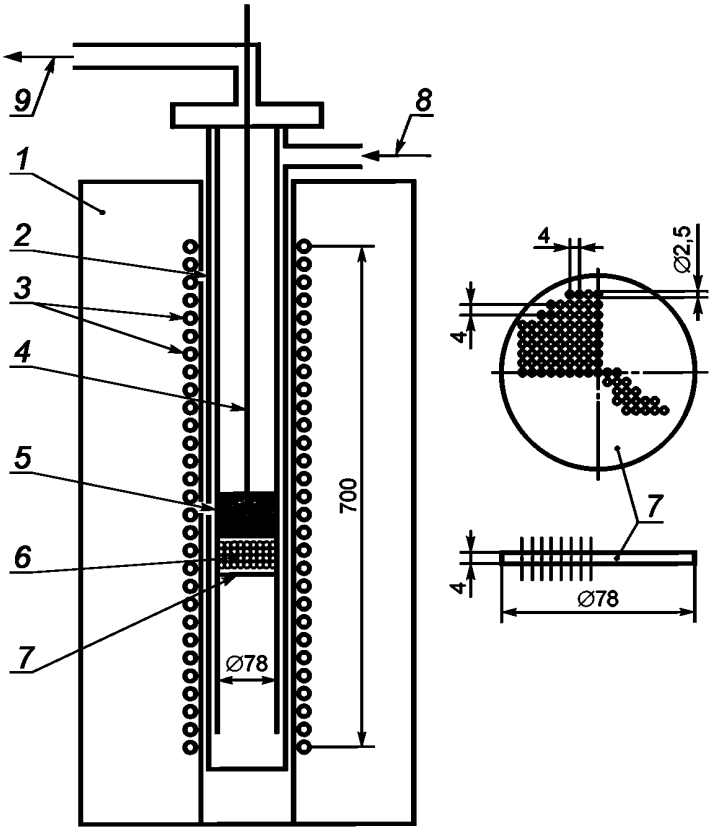
Реакционная камера должна быть изготовлена из термостойкой стали или никелевого сплава со следующими размерами:

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

Пример реакционной камеры типа В представлен на рисунке Б1.

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 Al_2O_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. Конец 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 $см^2$; 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)

Барабан для испытания кокса на прочность после реакции

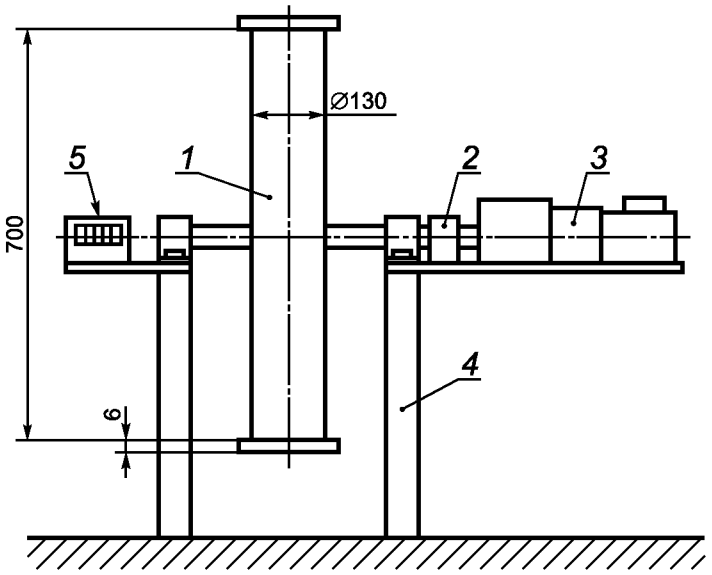
В.1 Барабан снабжен приводом для вращения, счетчиком оборотов и реле времени. Привод должен быть рассчитан точно на 600 оборотов за 30 мин при (20 ± 0,1) мин$^{-1}$. Остановка барабана происходит строго после 600 оборотов.

В.2 Размеры барабана:

- длина внутренней цилиндрической камеры — (700 мм ± 1) мм;
- внутренний диаметр — (130 мм ± 1) 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

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

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.

Таблица Д.1 — Значение предела воспроизводимости

CRI		CSR	
значение	предел	значение	предел
Более 33	5[a]	Менее 55	8[a]
Менее 33	3,5	Более 55	4,5
[a] Только приблизительные значения.			

Среди других критериев (например, температурный режим, расход газа, качество подготовки проб) рассев является определяющим. На результаты рассева 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 рассева, 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 губчатой 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, без губчатых 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 CRI 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 CRI 2,8 %, для CSR — 5,4 %.

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

УДК 662.749.2.001.4:006.354 ОКС 75.160.10 Л39 ОСП 07 6000

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 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,32. Уч.-изд. л. 1,70. Тираж 104 экз. Зак. 1015.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru
Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.

gost.e-ecolog.ru