

---

---

**Кокс. Определение индекса  
реакционной способности (CRI) и  
прочности кокса после  
взаимодействия (CSR)**

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

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 18894:2006

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/04470a68-2ea6-49b1-a941-bfc32b3fbf55/iso-18894-2006>

Ответственность за подготовку русской версии несёт GOST R  
Российская Федерация) в соответствии со статьёй 18.1 Устава ISO



Ссылочный номер  
ISO 18894:2006(R)

**Отказ от ответственности при работе в PDF**

Настоящий файл PDF может содержать интегрированные шрифты. В соответствии с условиями лицензирования, принятыми фирмой Adobe, этот файл можно распечатать или смотреть на экране, но его нельзя изменить, пока не будет получена лицензия на интегрированные шрифты и они не будут установлены на компьютере, на котором ведется редактирование. В случае загрузки настоящего файла заинтересованные стороны принимают на себя ответственность за соблюдение лицензионных условий фирмы Adobe. Центральный секретариат ISO не несет никакой ответственности в этом отношении.

Adobe - торговый знак фирмы Adobe Systems Incorporated.

Подробности, относящиеся к программным продуктам, использованные для создания настоящего файла PDF, можно найти в рубрике General Info файла; параметры создания PDF были оптимизированы для печати. Были приняты во внимание все меры предосторожности с тем, чтобы обеспечить пригодность настоящего файла для использования комитетами-членами ISO. В редких случаях возникновения проблемы, связанной со сказанным выше, просьба проинформировать Центральный секретариат по адресу, приведенному ниже.

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 18894:2006

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/04470a68-2ea6-49b1-a941-bfc32b3fbf55/iso-18894-2006>



**ДОКУМЕНТ ЗАЩИЩЕН АВТОРСКИМ ПРАВОМ**

© ISO 2006

Все права сохраняются. Если не указано иное, никакую часть настоящей публикации нельзя копировать или использовать в какой-либо форме или каким-либо электронным или механическим способом, включая фотокопии и микрофильмы, без предварительного письменного согласия ISO, которое должно быть получено после запроса о разрешении, направленного по адресу, приведенному ниже, или в комитет-член ISO в стране запрашивающей стороны.

ISO copyright office  
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20  
Tel. + 41 22 749 01 11  
Fax + 41 22 734 09 47  
E-mail [copyright@iso.org](mailto:copyright@iso.org)  
Web [www.iso.org](http://www.iso.org)

Опубликовано в Швейцарии

## Содержание

Страница

Предисловие .....	iv
1 Область применения .....	1
2 Нормативные ссылки .....	1
3 Термины и определения .....	1
4 Принцип .....	2
6 Аппаратура .....	3
7 Приготовление испытательной пробы .....	4
8 Процедура .....	5
9 Представление результатов .....	6
10 Точность .....	6
11 Протокол испытания .....	9
Приложение А (нормативное) Прибор испытания реакционной способности “типа А”, с одинарной стенкой .....	10
Приложение В (нормативное) Прибор испытания реакционной способности “типа В”, с двойной стенкой .....	12
Приложение С (нормативное) Вращающийся барабан для испытания прочности кокса после взаимодействия .....	14
Приложение D (информативное) Определение величины истирания .....	15
Приложение E (информативное) Воспроизводимость критической разницы .....	16

## Предисловие

Международная организация по стандартизации (ISO) является всемирной федерацией, объединяющей национальные органы по стандартизации (комитеты-члены ISO). Работа по разработке международных стандартов, как правило, ведется в технических комитетах ISO. Каждый комитет-член, заинтересованный в разработке теме, ради которой был образован данный технический комитет, имеет право быть представленным в этом комитете. Международные организации, правительственные и неправительственные, поддерживающие связь с ISO, также принимают участие в ее работе. ISO тесно сотрудничает с Международной Электротехнической Комиссией (IEC) по всем вопросам стандартизации в области электротехники.

Международные стандарты разрабатываются в соответствии с правилами, приведенными в Части 2 Директив ISO/IEC.

Основное назначение технических комитетов заключается в разработке международных стандартов. Проекты международных стандартов, принятые техническими комитетами, рассылаются комитетам-членам на голосование. Для опубликования международного стандарта требуется собрать не менее 75 % положительных голосов комитетов-членов, принявших участие в голосовании.

Обращается внимание на тот факт, что некоторые элементы настоящего документа могут являться предметом патентных прав. ISO не несет ответственность за идентификацию части или всех подобных патентных прав.

ISO 18894 разработан Техническим комитетом ISO/TC 27, *Топлива твердые минеральные*, Подкомитетом SC 3, *Кокс*.

[ISO 18894:2006](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/04470a68-2ea6-49b1-a941-bfc32b3fbf55/iso-18894-2006)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/04470a68-2ea6-49b1-a941-bfc32b3fbf55/iso-18894-2006>

# Кокс. Определение индекса реакционной способности (CRI) и прочности кокса после взаимодействия (CSR)

## 1 Область применения

Настоящий международный стандарт устанавливает оборудование и методы, используемые для определения реакционной способности кускового кокса (> 20 мм) в углекислом газе при повышенных температурах и его прочности после взаимодействия с углекислым газом при вращении в цилиндрической камере.

## 2 Нормативные ссылки

Следующие ссылочные нормативные документы являются обязательными для применения настоящего документа. Для жестких ссылок применяется только цитируемое издание документа. Для плавающих ссылок необходимо использовать самое последнее издание нормативного ссылочного документа (включая любые изменения).

ISO 579, Кокс . *Определение общего содержания влаги*

ISO 3310 (все части), *Сита лабораторные. Технические требования и испытания*

ISO 1213-2, *Топлива твердые минеральные. Словарь. Часть 2. Термины, относящиеся к выборочному контролю, испытаниям и анализу*

ISO 2309, Кокс. *Отбор проб*

ISO 13909-5, *Антрацит и кокс. Механический отбор проб. Часть 5. Кокс. Отбор проб из движущихся потоков*

ISO 13909-6, *Антрацит и кокс. Механический отбор проб. Часть 6. Кокс. Приготовление испытательных образцов*

IEC 60584-1, *Термопары. Часть 1. Справочные таблицы*

IEC 60584-2, *Термопары. Часть 2. Допуски*

## 3 Термины и определения

Для настоящего документа использованы термины и определения, приведенные в ISO 1213-2, а также следующие.

### 3.1

#### **величина истирания abrasion value**

потеря сопротивления истиранию кокса после взаимодействия с углекислым газом при испытании CRI, измеренная как процентное содержание пробы, прошедшей через сито 0,5 мм после испытание на

прочность во вращающемся барабане при условиях, установленных в настоящем международном стандарте

ПРИМЕЧАНИЕ См. Приложение D.

### **3.2**

**индекс реакционной способности кокса CRI**  
**coke reactivity index**  
**CRI**

процентное содержание потери кокса по весу после взаимодействия с углекислым газом до образования монооксида углерода при условиях, установленных в настоящем международном стандарте

### **3.3**

**прочность кокса после взаимодействия CSR**  
**coke strength after reaction**  
**CSR**

прочность кокса после взаимодействия с углекислым газом при испытании CRI, измеренная как процентное содержание остатка на сите 10,0 мм или 9,5 мм после испытания на прочность во вращающемся барабане при условиях, установленных в настоящем международном стандарте

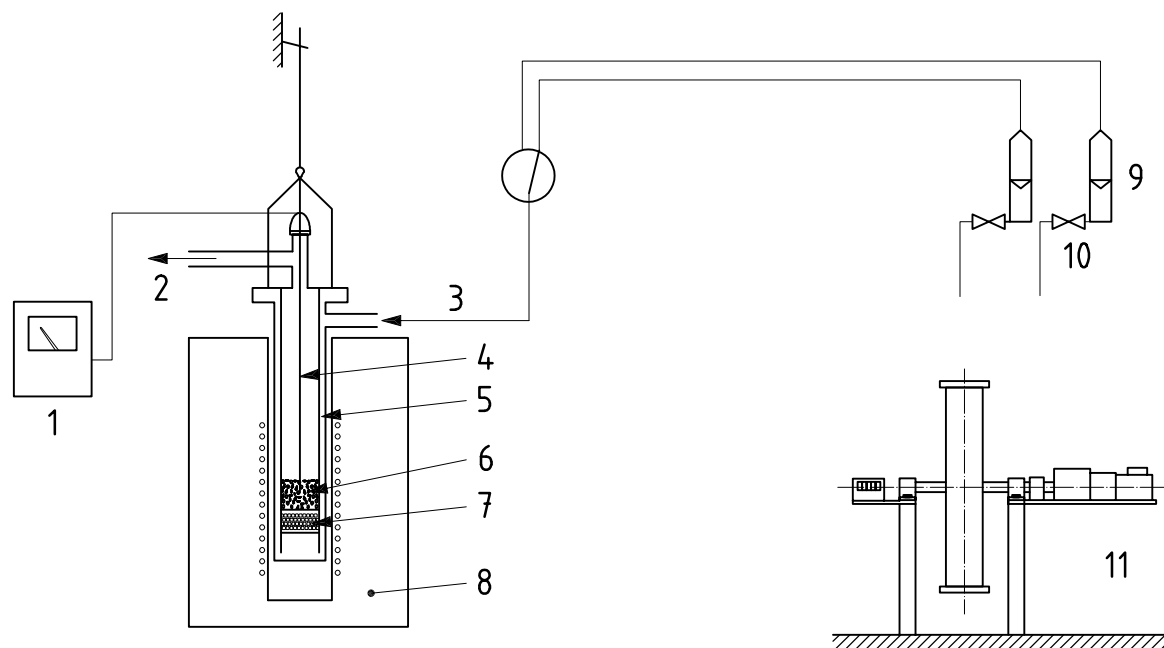
## **4 Принцип**

Испытательная порция высушенной пробы кокса, имеющая размер от 19,0 мм до 22,4 мм, нагревается в реакционной камере до 1 100 °С в азотной атмосфере. Для проведения испытания атмосфера меняется на диоксид углерода точно на 2 ч. После испытания реакционной камере дают остыть до 50 °С в азотной атмосфере. Сравнение веса пробы до и после взаимодействия определяет индекс реакционной способности кокса (CRI).

Прореагировавший кокс обрабатывается во вращающемся барабане специальной конструкции, делающим 600 оборотов за 30 мин. Значение прочности кокса после взаимодействия (CSR) определяется просеиванием и взвешиванием количества кокса, прошедшего либо через сито или 10,0 мм или 9,5 мм.

Пример расположения испытательной установки показан на Рисунке 1.

ПРИМЕЧАНИЕ При разработке настоящего стандарта было обнаружено, что для таких видов испытания обычно используют оба сита и 10,0 мм и 9,5 мм. При опрокидывании прореагировавшего кокса обычно происходит истирание. Частицы размером около 20 мм теряют некоторые крошки, но не ломаются на куски. Поэтому почти нет разницы просеивать их через сито 10,0 мм или 9,5 мм, поскольку размер кусков кокса либо около 20 мм либо от 0 мм до 5 мм, но не в диапазоне 10 мм. Это проверено экспериментально за большой период времени. Показано, что разность в CSR при работе с ситами обоих размеров находится в диапазоне точности настоящего международного стандарта.



#### Обозначение

- |   |   |    |                            |
|---|---|----|----------------------------|
| 1 | плоттер для регистрации температуры                                   | 7  | слой керамических шариков  |
| 2 | выпускной патрубков газа к вытяжке                                    | 8  | электронагревательная печь |
| 3 | впускной патрубков газа   | 9  | расходомеры                |
| 4 | термопара   | 10 | регулирующие клапаны       |
| 5 | 1 или 2-х стенная реторта с перфорированной плитой-держателем образца | 11 | вращающийся барабан        |
| 6 | испытательная порция  |    |                            |

ISO 18894:2006

<https://standards.iteh.ai/> Рисунок 1 — Пример расположения испытательной установки [iso-18894-2006](https://standards.iteh.ai/standards/iso-18894-2006)

## 5 Реактивы

**5.1 Азот**, имеющий чистоту > 99,9 % по объему, сухой, и максимальную концентрацию кислорода и диоксида углерода ( $\text{CO}_2 + \text{O}_2$ ), равную 100 мг/кг.

**5.2 Диоксид углерода (углекислый газ)** имеющий чистоту > 99,5 % по объему, сухой, и концентрацию кислорода < 100 мг/кг.

## 6 Аппаратура

**6.1 Электродпечь** (смотри Приложения А и В), имеющая возможность разместить внутри узел с реакционной камерой, содержащей испытательную порцию, которая обеспечивает стабильную температуру  $(1\ 100 \pm 3)^\circ\text{C}$  в центре испытательной порции. Зона стабильной температуры должна быть не менее чем в три раза длиннее, чем высота образца.

Желательно, чтобы печь имела независимое регулирование нагрева в трех зонах, чтобы получить равномерность нагрева в реакционной камере.

**6.2 Реакционная камера** (смотри Приложения А и В), изготовленный из жаропрочной стали или никелевого сплава, имеющий размеры необходимые для размещения внутри электродпечи, выбранной для работы.

Предназначенный для испытания кокс размещается на перфорированной тарелке в реакционной камере. Ниже этой перфорированной тарелки расположен газовый подогреватель, представляющий собой слой из керамических  $Al_2O_3$  шариков, который лежит на второй перфорированной тарелке и рассеивает азот и углекислый газ, которые вводятся в камеру через коксовый слой во время проведения испытания. Обе перфорированные тарелки закреплены между двумя комплектами кронштейнов в реакционной камере. Газ входит через впускные патрубки на дне и выходит через выпускные патрубки, расположенные на верху реакционной камеры.

Реакционная камера располагается так, чтобы образец кокса в камере находился в центре зоны стабильной температуры печи.

**6.3 Расходомеры, расходомеры постоянного перепада давления** или, предпочтительно, **массовые расходомеры** используются для постоянного контроля расхода азота и углекислого газа во время испытания. Точность расхода газа как для азота, так и углекислого газа  $\pm 5\%$ .

ПРИМЕЧАНИЕ Колебания расхода могут стать причиной разных результатов испытания.

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

**6.4 Термопары**, соответствующие требованиям IEC 60584-1 и IEC 60584-2, используются для измерения и регулирования температуры образца, которая должна задаваться согласно условиям испытания [т.н. платина–родий/платина (90 % Rh и 10 % Pt, процент по массе)]. Они заключаются в защитную трубку из керамики, жаропрочной стали или никелевого сплава. Оболочка защитной трубки должна быть газонепроницаемой, во избежание неправильного измерения, вызванного загрязнением термопары под действием газовых соединений. Защитная трубка крепится в центре крышки, чтобы обеспечить расположение верхушки термопары в центре коксового слоя.

**6.5 Сита**, квадратные отверстия которых соответствуют требованиям ISO 3310, с реальными размерами отверстий 9,5 мм или 10,0 мм, 19,0 мм и 22,4 мм. Если выполняется испытание на истирание (смотри Приложение D), то также требуется сито 0,5 мм.

**6.6 Весы**, с точностью измерения 0,1 г.

**6.7 Вращающийся барабан** (см. Приложение C), со счетчиком оборотов и реле времени.

## 7 Приготовление испытательной пробы

Пробу кокса отбирают в соответствии с ISO 2309 или ISO 13909-5.

Дробят приблизительно 50 кг крупной пробы с типичным размерным распределением в щековой или валковой дробилке. Отверстие дробилки должно устанавливаться так, чтобы крупная проба давала на выходе от 10 % до 30 % фракции от 19,0 мм до 22,4 мм. Раздробленную пробу делят на массы около 25 кг в соответствии с ISO 13909-6.

Масса пробы необходимая для испытания зависит от следующего. The mass of sample required for the test depends on the following.

- a) Минимальная масса необходимая для испытания определяется по минимальной массе фракции от 19,0 мм до 22,4 мм, т.е. 1 000 г.
- b) Проба крупного кокса должна быть достаточного размера, чтобы обеспечить его представительность. Поэтому уменьшенные количества проб могут использоваться, только когда гарантирована их представительность. Об этом должно указываться в протоколе испытания.

Раздробленную пробу просеивают через 22,4 мм сито, расположенное на верху сита 19,0 мм. Повторяют цикл в дробилке для фракции > 22,4 мм до тех пор пока не получают остаток на сите менее 3 % от раздробленной пробы. Отбрасывают фракции < 19,0 мм и > 22,4 мм.



Высушивают фракцию от 19,0 мм до 22,4 мм в соответствии с ISO 579 до содержания влаги менее 1 %. Снова просеивают раздробленную и высушенную пробу через сита 22,4 мм и 19,0 мм, чтобы удалить прилипшую угольную мелочь. Делят раздробленную и просеянную пробу на испытательные образцы весом приблизительно 1 000 г.

В качестве альтернативы, пробу (фракция от 19,0 мм до 22,4 мм) можно разделить на образцы около 1 000 г перед высушиванием и просеиванием.

Испытательную пробу делят на порции для испытания приблизительно по 200 г каждая. Для каждого испытания готовят испытательную порцию  $200 \text{ г} \pm 2 \text{ г}$ , которую взвешивают с точностью до  $\text{and } 0,1 \text{ г}$ . Окончательная корректировка массы может производиться заменой отдельного куска кокса на немного более легкий или более тяжелый кусок соответственно случаю.

**ПРИМЕЧАНИЕ** Регистрация количества кусков в каждой порции для испытания может помочь при сравнении серий испытаний.

## 8 Процедура

### 8.1 Количество испытаний

Необходимо провести минимум два испытания.

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

**ПРЕДОСТЕРЕЖЕНИЕ** Отработавшим газом, выходящим из реакционной камеры во время заполнения углекислым газом  $\text{CO}_2$ , является газ обогащенный CO и поэтому опасный. Его следует выжечь или подвести к вентилируемой вытяжке. Необходимо предусмотреть меры предосторожности, касающиеся горячей поверхности ( $1\ 100 \text{ }^\circ\text{C}$ ) реакционной камеры.

Предварительно нагревают печь до температуры, которая позволит помещенным в нее реакционной камере и пробе достичь  $(1\ 100 \pm 3) \text{ }^\circ\text{C}$  в течение от 30 мин до 40 мин. Прежде чем поместить реакционную камеру в электропечь, в нее устанавливают взвешенную пробу таким образом, чтобы термопара сидела вертикально, находясь своей верхушкой в центре коксового слоя (на половине высоты испытательной порции выше перфорированной пластины). Перед загрузкой в печь реакционную камеру продувают азотом в течение 5 мин со скоростью  $10 \text{ л/мин} \pm 0,5 \text{ л/мин}$ .

Помещают реакционную камеру в печь так, чтобы центр коксовой загрузки располагался в центре нагревательной зоны, и нагревают образец до  $(1\ 100 \pm 3) \text{ }^\circ\text{C}$  в течение 30 мин до 40 мин в азотной атмосфере. Устанавливают температуру до  $1\ 100 \text{ }^\circ\text{C}$ ; допустимое отклонение  $\pm 3 \text{ }^\circ\text{C}$  используется только для регулировки температуры во время испытания t.

После того как температура образца достигла  $(1\ 100 \pm 3) \text{ }^\circ\text{C}$ , выдерживают реакционную камеру еще 10 мин в азоте прежде чем переключить на углекислый газ с расходом  $5 \text{ л/мин} \pm 0,25 \text{ л/мин}$ . Держат образец при  $(1\ 100 \pm 3) \text{ }^\circ\text{C}$  в атмосфере углекислого газа. После переключения на углекислый газ температура будет падать (эндотермическая реакция). Мощность нагрева печи должна быть такой, чтобы при начальной температуре  $(1\ 100 \pm 3) \text{ }^\circ\text{C}$ , падение температуры было минимальным, и температура испытания восстанавливалась за 10 min.

**ПРИМЕЧАНИЕ** Падение температуры можно минимизировать подъемом температуры печи точно перед введением углекислого газа. Для неизвестных образцов этот подъем можно определить экспериментально.

Точно через 120 мин воздействия углекислым газом, переключают обратно на продувку азотом реакционной камеры с углекислым газом с расходом  $10 \text{ л/мин} \pm 0,5 \text{ л/мин}$  в течение 5 мин. Вынимают реакционную камеру из печи и дают остыть менее чем на  $50 \text{ }^\circ\text{C}$  ниже потока азота. После охлаждения вынимают испытательную порцию из реакционной камеры, взвешивают кокс после реакции с точностью до  $0,1 \text{ г}$  и рассчитывают CRI в соответствии с 9.1.

### 8.3 Определение CSR(прочность кокса после взаимодействия)

Полностью переносят кокс после реакции в переворачивающийся барабан, закрывают и проверяют на полную герметичность. Опрокидывают остаток точно 600 оборотов за 30 мин со скоростью  $(20 \pm 0,1)$  об/мин.

Полностью удаляют кокс из барабана. Просеивают на сите 10,0 мм или 9,5 мм и взвешивают кокс оставшийся на сите с точностью 0,1 г. Рассчитывают CSR в соответствии с 9.2.

## 9 Представление результатов

### 9.1 Индекс реакционной способности кокса (CRI)

Индекс CRI, выраженный в процентах по массе, определяется по Уравнению (1):

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

где

$m_0$  - это масса в граммах образца перед взаимодействием;

$m_1$  - это масса в граммах образца после взаимодействия.

### 9.2 Прочность кокса после взаимодействия (CSR)

Прочность кокса CSR, выраженная в процентах по массе, определяется по Уравнению (2):

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

где

$m_2$  -это масса в граммах фракции образца  $> 10,0$  мм или  $> 9,5$  мм после вращения в барабане;

$m_1$  - это масса в граммах образца после реакции.

## 10 Точность

### 10.1 Контроль

Для контроля результатов испытания очень важно проводить проверку аппаратуры и процедур испытания. Следующие пункты необходимо проверять через регулярные интервалы времени.

а) Приготовление испытательного образца:

- 1) сита;
- 2) весы.

б) Для испытания реакционной способности:

- 1) состояние реакционной камеры;
- 2) расход газа;

- 3) термопара;
  - 4) таймер.
- с) Для испытания на прочность:
- 1) состояние барабана вращения;
  - 2) скорость вращения;
  - 3) счетчик оборотов;
  - 4) сита;
  - 5) весы.

Для проверки рекомендуется использовать сертифицированное калиброванное оборудование, а также периодически готовить и использовать внутренний эталонный материал для контроля повторяемости и воспроизводимости результатов.

См. также приложение Е.

## 10.2 Предел повторяемости

### 10.2.1 Общее положение

Результаты дублированных определений, выполненных в одной и той же лаборатории одним оператором, на одной и той же аппаратуре в течение короткого периода времени на представительных порциях, взятых из одной и той же пробы для анализа, не должны отличаться более чем на значения, показанные в Таблицах 1 и 2.

### 10.2.2 Индекс реакционной способности кокса

Для парного результата значение диапазона  $|X_1 - X_2|$  должно определяться, если требуются дополнительные испытания, как установлено в Таблице 1 и 10.2.2 а) до 10.2.2 с).

Таблица 1 — Критерий для многократных определений (CRI)

CRI	Диапазон $ X_1 - X_2 $		
	A	B	C
$\leq 10$	—	—	—
$> 10 \leq 20$	2,0	2,5	2,7
$> 20 \leq 30$	2,5	3,2	3,5
$> 30 \leq 40$	3,0	4,0	4,5
$> 40 \leq 60$	3,5	5,0	5,5
$> 60$	—	—	—

#### а) Для двух результатов

- Если диапазон  $|X_1 - X_2| \leq A$ , среднее значение двух результатов.
- Если диапазон  $|X_1 - X_2| > A$  и диапазон  $|X_1 - X_2| \leq B$ , выполняют третье испытание.