

中华人民共和国国家标准

GB/T 24189—2009/ISO 7215:2007

高炉用铁矿石 用最终还原度指数表示的还原性的测定

Iron ores for blast furnace feedstocks—
Determination of the reducibility by the final degree of reduction index

(ISO 7215:2007, IDT)

2009-07-08 发布

2010-04-01 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

前 言

本标准等同采用国际标准 ISO 7215:2007《高炉用铁矿石 用最终还原度指数表示的还原性的测定》(英文版)。

为了便于使用,本标准做了下列编辑性和非技术差异性的修改:

- “本国际标准”改为“本标准”;
- 用小数点“.”代替作为小数点的逗号“,”;
- 删除国际标准的前言;
- 引用文件修改为对应的国家标准。

本标准的附录 A 为规范性附录、附录 B 为资料性附录。

本标准由中国钢铁工业协会提出。

本标准由全国铁矿石与直接还原铁标准化技术委员会归口。

本标准负责起草单位:宝山钢铁股份有限公司。

本标准参加起草单位:冶金工业信息标准研究院。

本标准主要起草人:陈小奇、陆平、孙良、李凤芸、刘益智、周星、王晗、于成峰。

高炉用铁矿石 用最终还原度指数表示的还原性的测定

警告——使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本标准规定了在模拟高炉还原区域的条件下，氧从铁矿石中分离出来的相对测量方法。

本标准适用于块矿、烧结矿和球团矿。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB/T 6730.5 铁矿石 全铁含量的测定 三氯化钛还原法(GB/T 6730.5—2007, ISO 9507:1990, MOD)

GB/T 10322.1 铁矿石 取样和制样方法(GB/T 10322.1—2000, idt ISO 3082:1998)

GB/T 20565 铁矿石和直接还原铁 术语(GB/T 20565—2006, ISO 11323:2002, IDT)

ISO 2597-1:1994 铁矿石 全铁含量的测定 第一部分：二氧化锡还原滴定法

ISO 9035:1989 铁矿石 酸溶亚铁含量的测定 滴定法

3 术语和定义

本标准使用 GB/T 20565 中的术语和定义。

4 原理

试验样在固定床内 900 ℃ 温度下，用 CO 和 N₂ 组成的气体还原 180 min，还原度是经过 180 min 还原后按照氧的损失量计算。

5 取样、制样和试验样的制备

5.1 取样和试样的制备

取样和试样的制备按 GB/T 10322.1 规定进行。

球团矿的粒度范围为 10 mm~12.5 mm。

烧结矿和块矿的粒度范围为 18 mm~20 mm。

符合粒度要求的干基试样 2.5 kg。

试样在 105 ℃ ± 5 ℃ 的干燥箱中干燥到恒重，试验样制备前冷却至室温。

注：若连续两次干燥试样的质量变化不应超过试样原始质量的 0.05%，则认为试样达到恒重状态。

5.2 试验样的制备

收集随机抽取的矿石颗粒组成试验样。

注：手工缩分推荐采用 GB/T 10322.1，例如缩分器可用于缩分试样。

从试样中制备最少 5 份试验样，每份约 500 g (± 1 g 的质量)，4 份用于试验，1 份用于化学分析。

称量试验样精确至 1 g，并记录每个试验样质量和对应的容器编号。

6 设备

6.1 通则

试验设备组成

- 试验设备一般包括干燥箱、手工工具、计时器和安全设备；
- 反应管；
- 炉子，在试验期间随时可以称量和显示试验样质量的天平；
- 供气和流量调节系统；
- 称量装置。

试验设备示意图如图 1 所示。

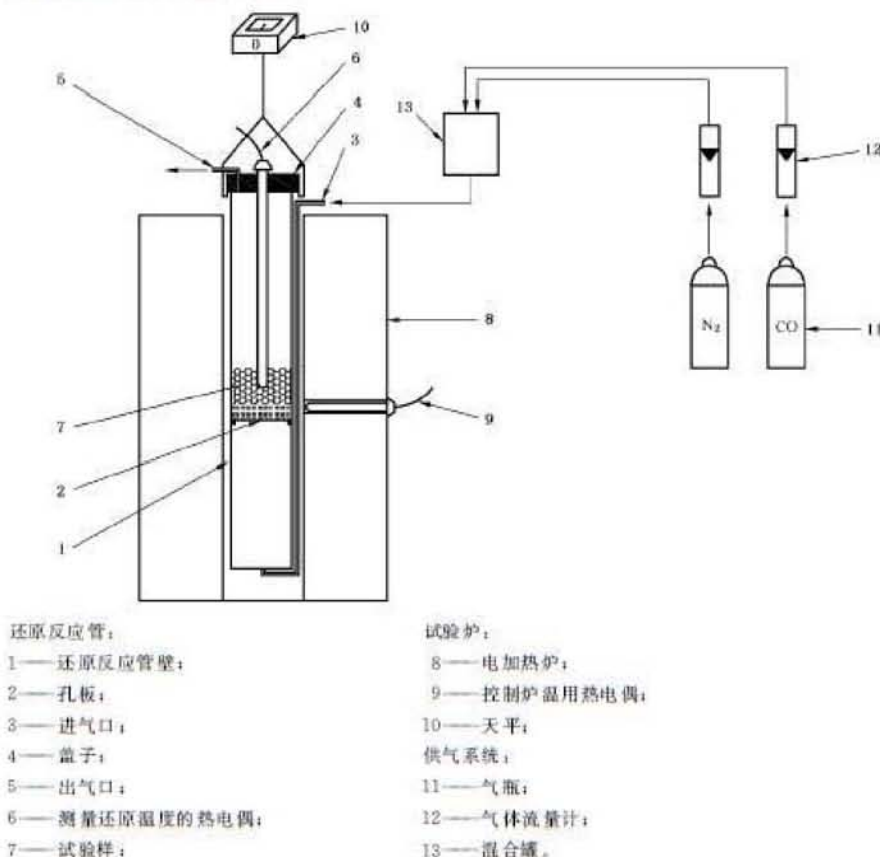


图 1 试验设备举例(示意图)

6.2 还原反应管

由耐 900℃ 高温不变形、抗氧化的金属材料制成，内径 $75\text{ mm} \pm 1\text{ mm}$ ，反应管内安装一个可取出、能耐 900℃ 高温不变形的金属孔板。孔板支撑试验样并确保气体均匀流过。孔板厚 4 mm，直径比反应管的内径小 1 mm，孔板上的小孔直径为 2 mm~3 mm，孔间距 4 mm~5 mm。还原反应管的示意图如图 2 所示。

6.3 加热炉

加热能力和温度控制能维持整个试验过程，气体进入试验床后须达到 $900\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 10\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的温度。

6.4 天平

可称量整套反应管包括试验样精确至 0.5 g。天平应有对应的装置便于悬挂或支撑整套反应管。

6.5 供气系统

能够供给气体和调节气体流量,确保供气系统和还原反应管的连接没有摩擦,不影响还原期间对失重的称量。

6.6 称量装置

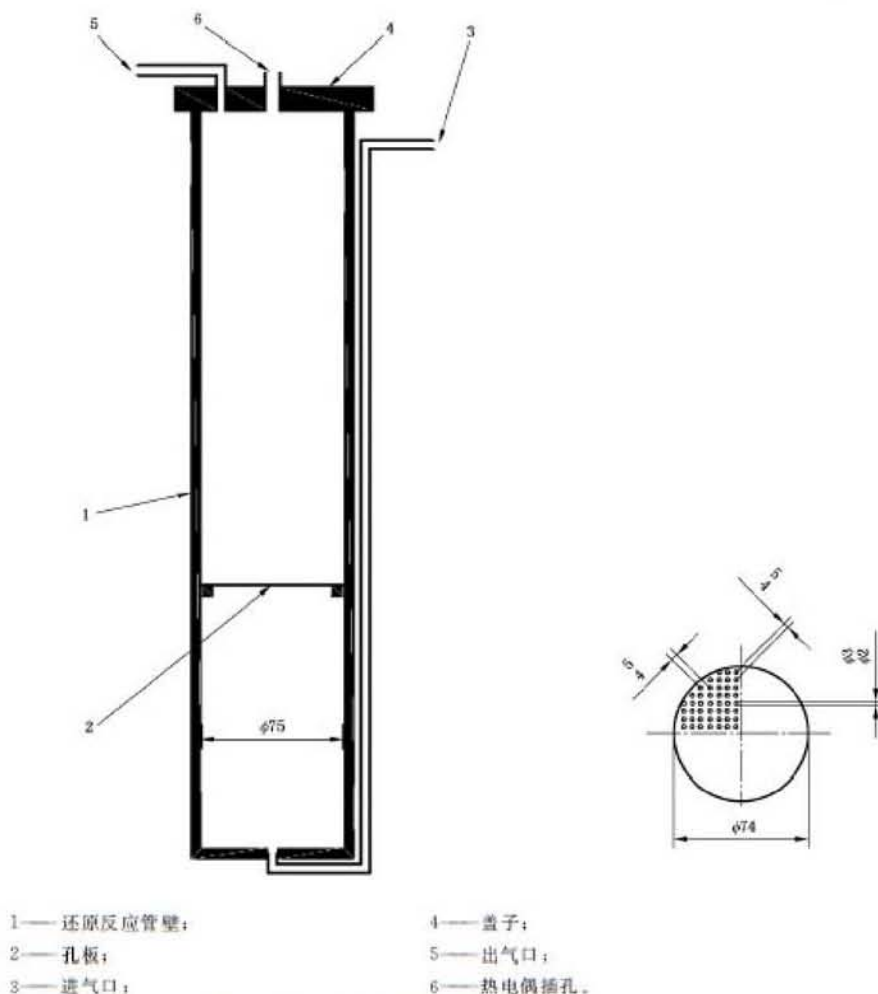
能够称量试验样精确至 1 g。

7 试验条件

7.1 一般条件

测量所用气体的体积和流量的温度是 0 ℃,气压是 101.325 kPa(1.013 25 bar)。

单位为毫米



注：并没有列出设备的详细尺寸，仅仅标识一些基本信息。

图 2 还原反应管举例(示意图)

7.2 还原气体

7.2.1 组成

还原气体应包括:

CO 30.0%±1.0%(体积分数);

N₂ 70.0%±1.0%(体积分数)。

7.2.2 纯度

还原气体中的杂质不超过:

H₂ 0.2%(体积分数);

CO₂ 0.2%(体积分数);

O₂ 0.1%(体积分数);

H₂O 0.2%(体积分数)。

7.2.3 流量

在整个还原过程中,还原气体的流量应保持在 15 L/min±0.5 L/min。

7.3 加热和冷却用气体

用氮气(N₂)作为加热和冷却气体。氮气中的杂质含量不应超过 0.1%(体积分数)。

氮气流量应保持在 5 L/min 直至试验样到达 900 °C;在保温期间,氮气流量保持在 15 L/min。

7.4 试验温度

还原气体在接触试验样前应预热,以使试验样的温度在整个还原过程中保持在 900 °C±10 °C。

8 试验步骤

8.1 试验测定次数

根据附录 A 的规定进行必要的试验次数。

8.2 化学分析

从 5.2 制备的试验样中随机抽取一份按照 ISO 9035 和 ISO 2597-1 或 GB/T 6730.5 分别测定 FeO (w_1) 和 TFe(w_2)。

8.3 还原

任取一个 5.2 中制备好的试验样记录它的质量(m_0)。放入还原反应管(6.2)中,并使试验样表面水平。

在靠近还原反应管的顶部连接热电偶,确保热电偶的末端插在试验样的中心区。

将还原反应管插入加热炉(6.3)中,悬挂或支撑它在天平(6.4)的中心位置,确保反应管不与炉壁和加热元件接触,连接供气系统(6.5)。

使 N₂ 通过试验样流量至少 5 L/min,并开始加热。当试验样温度接近 900 °C 时,流量增至 15 L/min。保持 N₂ 流量继续加热直到试验样质量恒定不变,温度在 900 °C±10 °C 恒温 30 min。

警告:一氧化碳和含有一氧化碳的还原性气体是有毒的和危险的。还原试验的过程应在通风良好或在一个抽风罩下进行。应根据每个国家安全条例采取防护措施以保护操作者的安全。

记录试验样质量(m_1),立即切换流量为 15 L/min±0.5 L/min 的还原气体代替 N₂,还原 180 min 结束,记录试验样质量(m_2),切断加热电源和还原气体,通入 5 L/min 的 N₂ 清除反应管内的还原气体。

注 1: 如果需要对应的还原曲线,前 1 h 每 10 min,后 2 h 每 15 min 记录一次试验样质量。

注 2: 块矿试验样加热到 900 °C 温度的时间应超过 60 min,以减少受热爆裂。

9 结果表示

9.1 最终还原度的计算(R_{180})

最终还原度 R_{180} 以式(1)计算,用质量分数(%)表示。

$$R_{\text{Fe}} = \left[\frac{m_1 - m_2}{m_0 (0.430w_1 - 0.111w_2)} \right] \times 10^4 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m_0 ——试验样的质量,单位为克(g);

m_1 ——还原开始前试验样的质量,单位为克(g);

m_2 ——还原 180 min 后试验样的质量,单位为克(g);

w_1 ——试验样中 FeO 的质量分数,%;

w_2 ——在试验前按照 ISO 2597-1 或 GB/T 6730.5 测定的试验样中 TFe 的质量分数,%。

注: 式(1)推导见附录 B。

计算结果保留一位小数。

9.2 试验结果的重复性和可接受性

按照附录 A 给出的流程进行操作,试验结果满足表 1 的重复性值,报告结果保留一位小数。

表 1 重复性(r)

铁矿石种类	r/ %,绝对值
球团矿	3.0
烧结矿	5.0
块矿	5.0

10 校验

定期检查设备对保证试验结果的可靠性是非常必要的。检查应定期进行,间隔时间由每个试验室自己决定。

检查的项目应包括:

- 称量装置;
- 还原反应管;
- 温度控制和测量装置;
- 天平;
- 气体流量计;
- 气体纯度;
- 记录系统;
- 时间控制装置。

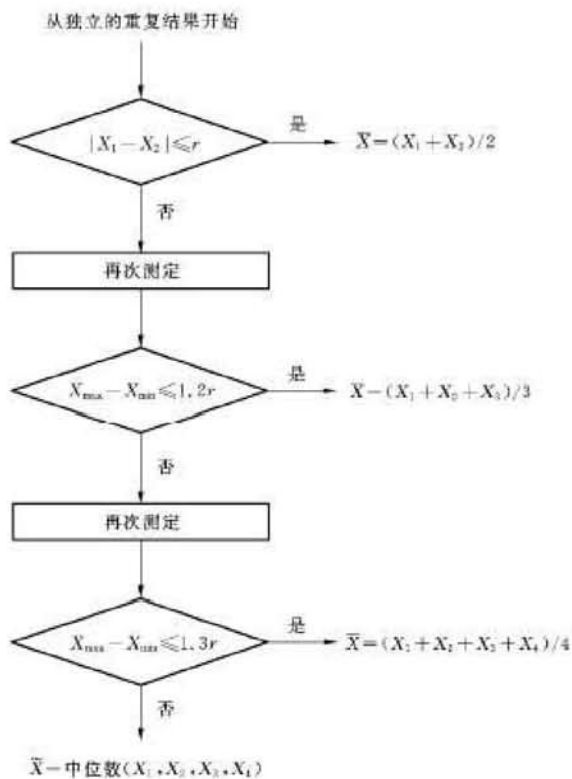
推荐使用内部参考物质定期检查试验的重复性或再现性,并保存试验过程的适当记录。

11 试验报告

试验报告应包含下列信息

- a) 本标准编号;
- b) 区分试样的必要信息;
- c) 试验室的名称和地址;
- d) 试验日期;
- e) 试验报告日期;
- f) 试验者签字;
- g) 本标准中没有规定的任何操作细节和试验条件,或可能对试验结果有影响的因素;
- h) 最终还原度 R_{Fe} ;
- i) 还原前试验样的 TFe 和 FeO 含量。

附录 A
(规范性附录)
试验结果验收流程图



r_i 见表 1。

附录 B
(资料性附录)
最终还原度计算公式的推导

B.1 基本关系式

第9.1条中给出了 R_{360} 式是从下式推导出来的。

$$R_{360} = \frac{m_1}{m_2} \times 100 \quad \text{..... (B.1)}$$

式中:

m_1 ——180 min 还原期间氧的损失量,单位为克(g);

m_2 ——还原前与铁结合的总氧量,单位为克(g)。

B.2 关系式推导

试样中铁的氧化物包括赤铁矿(Fe_2O_3)、磁铁矿(Fe_3O_4)和氧化亚铁(FeO)。式(B.1)中氧的总量 m_2 可以从还原前试样中 Fe_2O_3 和 FeO 量计算得到。因此,按照有关国际标准测定出全铁量 w_2 和氧化亚铁量 w_1 后,由式(B.2)可以得到 m_2 。

$$\begin{aligned} m_2 &= m_4 + m_5 \\ &= m_0 \left(w_2 \frac{3A_{\text{O}}}{2A_{\text{Fe}}} + w_1 \frac{A_{\text{O}}}{M} \right) \times 100 \quad \text{..... (B.2)} \end{aligned}$$

式中:

m_4 —— Fe_2O_3 中的氧量,单位为克(g);

m_5 —— FeO 中的氧量,单位为克(g);

m_0 和 w_1 与9.1中含义相同;

w_2 —— Fe_2O_3 中铁的质量分数,%;

A_{O} ——氧的相对原子量,16.00;

A_{Fe} ——铁的相对原子量,55.85;

M —— FeO 的相对分子量,71.85。

又因为:

$$\begin{aligned} m_1 &= m_3 - m_2 \\ w_2 &= w_2 - \frac{A_{\text{Fe}}}{M} w_1 \quad \text{..... (B.3)} \end{aligned}$$

式中 m_3 、 m_2 、 w_1 和 w_2 与9.1中含义相同,将式(B.2)中得到的 m_2 代入式(B.1),通过式(B.3)得到最终还原度 R_{360} ,用质量分数(%)表示。

$$\begin{aligned} R_{360} &= \frac{(m_3 - m_2) \times 100}{m_0 \left[\left(w_2 - \frac{A_{\text{Fe}}}{M} w_1 \right) \frac{3A_{\text{O}}}{2A_{\text{Fe}}} + \frac{A_{\text{O}}}{M} w_1 \right] \times \frac{1}{100}} \\ &= \left\{ \frac{m_3 - m_2}{m_0 \left[\left(w_2 - \frac{55.85}{71.85} w_1 \right) \frac{48.00}{111.70} + \frac{16.00}{71.85} w_1 \right]} \right\} \times 10^4 \\ &= \left[\frac{m_3 - m_2}{m_0 (0.430 w_2 - 0.111 w_1)} \right] \times 10^4 \end{aligned}$$