

中华人民共和国国家标准

铁矿石 低温粉化试验 静态还原后 使用冷转鼓的方法

GB/T 13242—91

Iron ores—Low-temperature disintegration test—
Method using cold tumbling after static reduction

本标准参照采用国际标准 ISO 4696—1984《铁矿石 低温粉化试验 静态还原后使用冷转鼓的方法》。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了铁矿石(包括天然铁矿石、烧结矿、球团矿,以下简称铁矿石)低温粉化试验的基本原理、试验条件、试验设备、试样制备、试验程序和试验结果评定等。所规定的试验方法的特点是:在固定床中,用 CO、CO₂ 和 N₂ 的混合气体进行等温还原后,在室温下用转鼓进行粉化试验;试样具有一定的粒度范围。

本方法适用于以还原粉化指数表示的铁矿石的还原粉化性能的测定。

本试验的结果应与其他试验,特别是那些表示铁矿石在还原时的其他冶金性能的试验结果联系起来考虑。

2 引用标准

GB 6003 试验筛

GB 6005 试验筛 金属丝编织网、穿孔板和电成型薄板 筛孔的基本尺寸

GB 8170 数值修约规则

GB 10122 铁矿石(烧结矿、球团矿) 物理试验用试样的取样和制样方法

GB/T 13241 铁矿石 还原性的测定方法

3 定义

还原粉化指数 *RDI*(the reduction disintegration index)表示还原后的铁矿石通过转鼓试验后的粉化程度。分别用转鼓试验后筛分得到的大于 6.30mm、大于 3.15mm 和小于 500 μ m 的物料质量与还原后和转鼓前试样总质量之比的百分数表示。并分别用 *RDI*+6.3、*RDI*+3.15 和 *RDI*-0.5 三个代号加以表达。

4 基本原理

一定粒度范围的试样,在固定床中,在 500 $^{\circ}$ C 的温度下,用由 CO、CO₂ 和 N₂ 组成的还原气体进行静态还原。

还原 1h 后,将试样冷却到 100 $^{\circ}$ C 以下,用小转鼓共转 300r,然后用孔宽为 6.30mm、3.15mm 和 500 μ m 的方孔筛进行筛分。

用还原粉化指数表示铁矿石的粉化程度。

国家技术监督局 1991-11-06 批准

1992-07-01 实施

5 试验条件

5.1 一般条件

本标准所用的气体体积和流量采用标准状态(0℃和一个大气压)下的体积和流量。

注: 1个大气压=0.101 325MPa。

5.2 还原气体成分

CO 20%±0.5%(V/V)

CO₂ 20%±0.5%(V/V)

N₂ 60%±0.5%(V/V)

注: 当煤气中的H₂含量为2.0%±0.5%(V/V)时,N₂的含量为58%±0.5%(V/V)。

5.3 还原气体的纯度

还原气体中的杂质含量不得超过:

H₂ 0.2%(V/V)或2.0%±0.5%(V/V)

O₂ 0.1%(V/V)

H₂O 0.2%(V/V)

5.4 还原气体的流量

在整个试验期间,还原气体的标态流量为15±1L/min。

5.5 试验温度

试样在500℃的温度下还原,在整个试验期间保持500±10℃。

6 试验设备

6.1 CO还原气体的制备系统

包括CO还原气体的发生、配制、净化、分析和调节装置。

可以使用瓶装高纯CO配制还原气体,也可以在试验室发生CO配制还原气体。通过净化、分析和调节达到5.2和5.3要求的成分和纯度。

6.2 还原管

由耐热不起皮的金属板制成。能耐500℃以上的温度。还原管内管的内直径为75±1mm。

可以将试样直接放在多孔板上。为了使煤气流更为均匀,也可以多孔板和试样之间放两层粒度为10.0mm和12.5mm的高氧化铝球,但此时需要在高氧化铝球上再放一块多孔板,试样则放在这块多孔板上(见图1)。

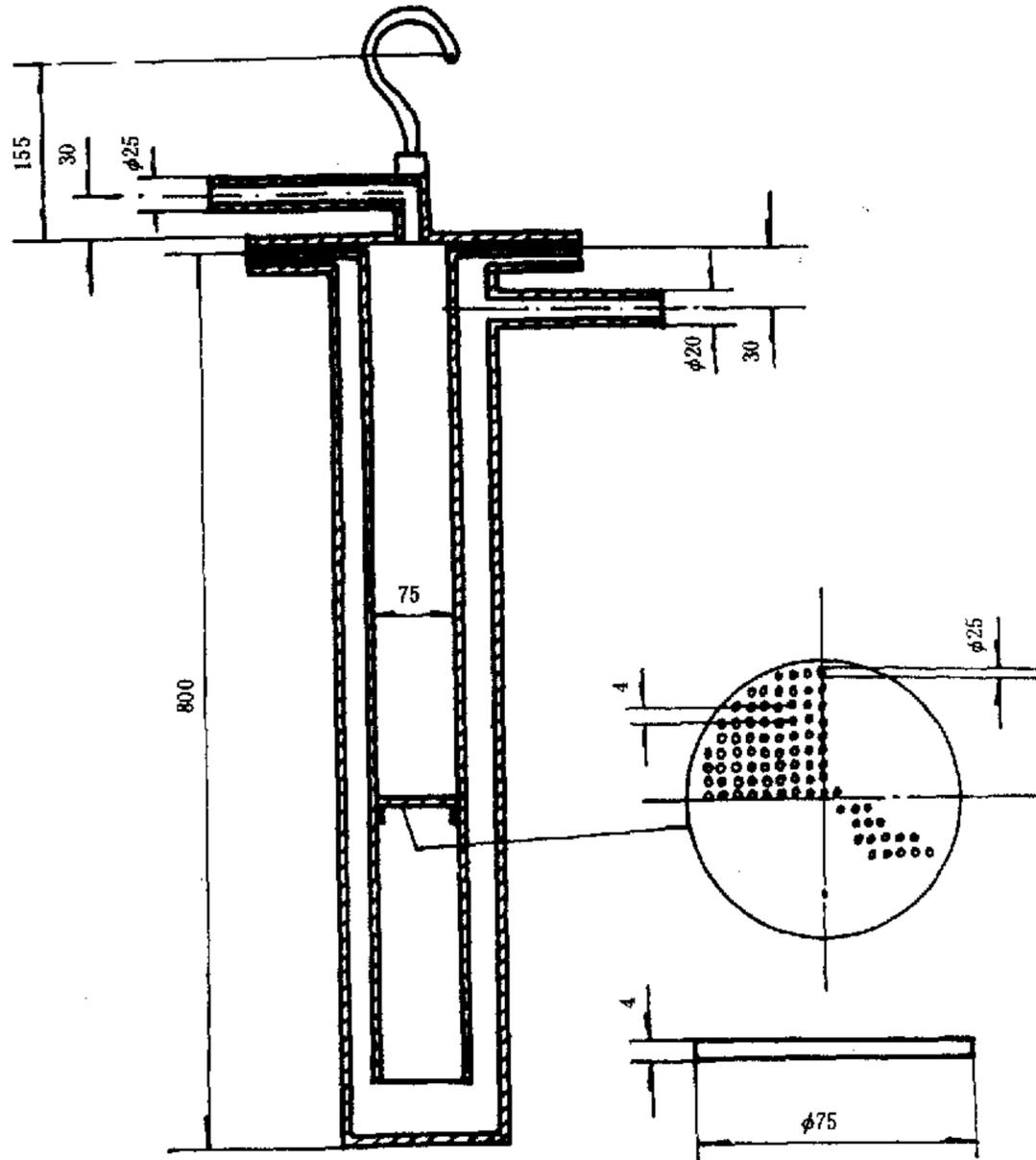


图 1 还原管示意图

注：多孔板孔直径 2.5mm, 孔距 4mm, 孔数 241, 总孔面积 1 180mm², 板厚 4mm。

6.3 还原炉

具有足够的加热能力, 能保证全部试样和进入试样床的还原气体在整个试验期间保持在 $500 \pm 10^{\circ}\text{C}$ (见图 2)。

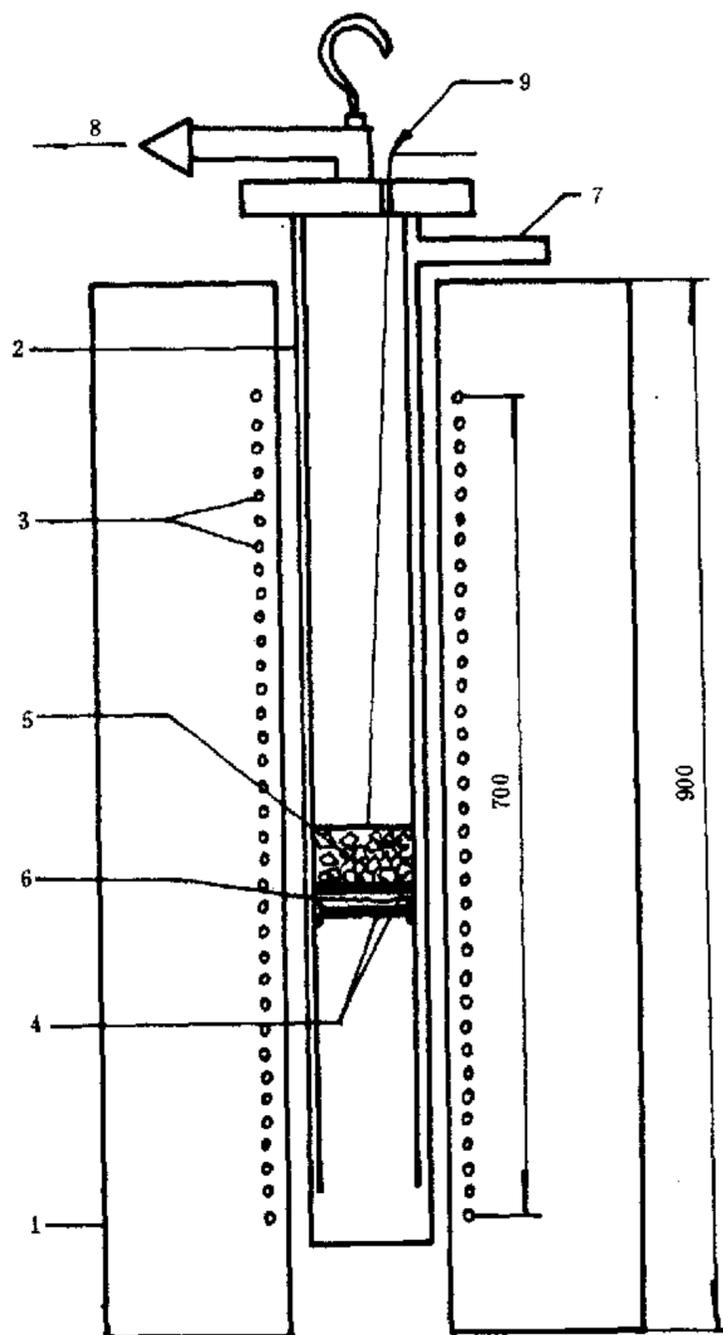


图2 还原管和还原炉示意图

1—电炉；2—还原管；3—电热元件；4—多孔板；5—试样；
6—高氧化铝球；7—煤气入口；8—煤气出口；9—热电偶

6.4 转鼓

转鼓是一个内直径130mm、内长200mm的钢质容器，器壁厚度不小于5mm。鼓内壁有二块沿轴向对称配置的钢质提料板，其长200mm、宽20mm、厚2mm。

鼓的一端是封闭的，另一端用密封盖密封，可以打开。密封盖应保证粉尘不外泄（见图3）。

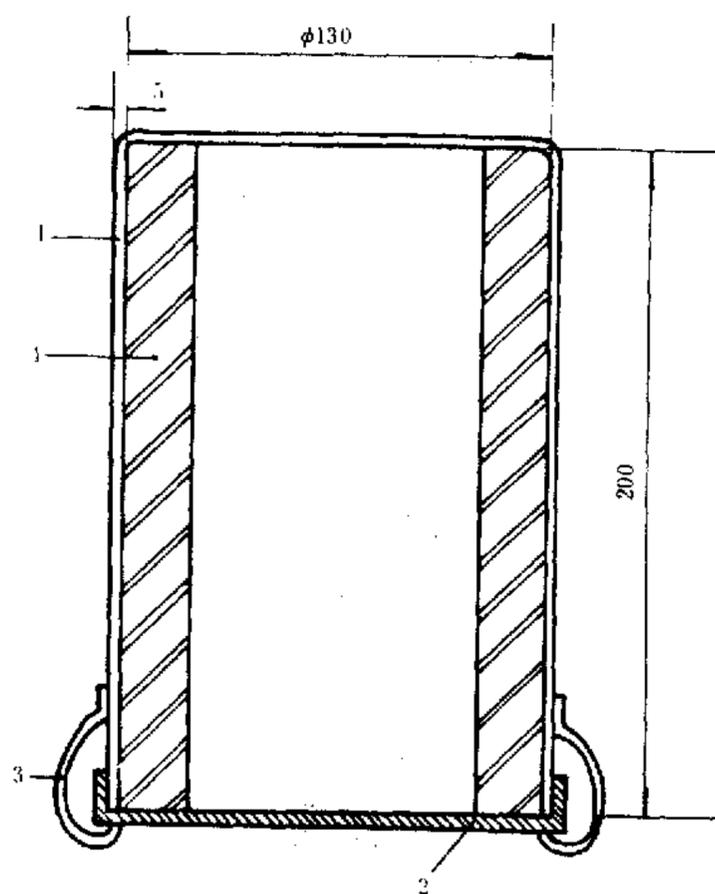


图3 转鼓示意图

1—转鼓圆筛；2—密封盖；3—固定卡子；4—提料板(200mm×20mm×2mm)

6.5 称量装置

粉化试验的试样称量天平的感量为0.1g。如果需要还原连续称量,可用感量为1g的天平。

6.6 试验筛

符合GB 6003和GB 6005的规定,并具有以下公称尺寸的方形筛孔:16.0mm、12.5mm、10.0mm、6.3mm、3.15mm和500 μ m。

7 试样准备

7.1 概述

试验试样应按照GB 10122的规定进行取样和制样。

试验试样应在105 \pm 5 $^{\circ}$ C的温度下烘干,烘干时间不小于2h,然后冷却至室温,并保存在干燥器中。

7.2 低温还原粉化试验用的试样

试验试样的总量不少于2kg,以干料计算。如果需要同时测定还原度时,则试样不少于2.5kg,其中有一个500g试样供分析TFe和FeO用。每份500g试样的全称叫做试验试样部分。但在本标准中均简称为试验试样或试样。并按下列规定制备。

7.2.1 球团矿

通过筛分得到粒度范围为 10.0~12.5mm 或有关方面同意的其他粒度的试样,然后用随机的方法缩分得到的球团矿才可用于本试验。

7.2.2 天然铁矿和烧结矿

试样的粒度范围为 10.0~12.5mm,按下列规定制备:

筛出大于 12.5mm 的试样,并小心破碎大于 12.5mm 部分,直至全部通过 16.0mm 的筛子。然后合并各部分进行筛分。从试样中筛除大于 12.5mm 和小于 10.0mm 的部分。然后将得到的 10.0~12.5mm 这部分试样混匀,并按随机的方法缩分,制备出 4~5 份,作为还原粉化试验用的试样。

经有关各方同意后,亦可采用其他粒度的试样,制样方法亦可由有关方面另行商定。

8 试验程序

8.1 测定次数

对于一次检验,至少要进行两次试验。

8.2 试样

试样质量为 500g±1 粒,精确至 0.1g,并记为 m_0 。

8.3 还原

把试样放到还原管中,将其表面铺平。封闭还原管的顶部,将惰性气体(或 N_2 ,以下同)通入还原管,标态流量为 5L/min,然后把还原管放入还原炉中。放入还原管时的炉内温度不得大于 200℃。

是否使用供连续检测的称量装置,可以自由选择,不作硬性规定。在测定铁矿石低温还原粉化指数 RDI 的同时,如果还需要了解相应的还原度时,可以参照附录 B(参考件)的公式计算。

放入还原管后,还原炉开始加热,升温速度不得大于 10℃/min。当试样接近 500℃时,增大惰性气体标态流量到 15L/min。在 500℃恒温 30min,使温度恒定在 500±10℃之间。

由于一氧化碳和含有一氧化碳的还原气体是有毒和危险的,还原试验应该在有良好的通风环境中或抽风罩下进行。为了保护操作人员的安全,应该根据国家的有关安全规则,采取预防措施。

通入标态流量为 15L/min 的还原气体,代替惰性气体,连续还原 1h。

还原 1h 后,停止通还原气体,并向还原管中通入惰性气体,标态流量为 5L/min,然后将还原管提出炉外进行冷却,将试样冷却到 100℃以下。

8.4 转鼓试验

从还原管小心倒出试样,测定其质量为 m_{D0} ,然后把它放到转鼓里,固定密封盖,以 30±1r/min 的转速共转 300r。

从转鼓中取出所有试样,测定其质量后,用 6.30mm、3.15mm 和 500μm 的筛子小心地进行手筛。测定并记录留在 6.30mm(m_{D1})、3.15mm(m_{D2})和 500μm(m_{D3})各粒级筛上的试样质量。在转鼓试验和筛分中损失的粉末可视为小于 500μm 的部分,并记入其质量中。

经过预先试验,如果机械筛分和手工筛分的筛分结果相同,制样和筛分精密度(β_{DH})在 95%的置信度下,在±2.0%(绝对值)以内时,便可采用相应的机械筛。

9 试验结果表示

还原粉化指数 RDI 用质量百分数表示。由式(1)、(2)、(3)计算:

$$RDI + 6.3 = \frac{m_{D1}}{m_{D0}} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

$$RDI + 3.15 = \frac{m_{D1} + m_{D2}}{m_{D0}} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

$$RDI - 0.5 = \frac{m_{D0} - (m_{D1} + m_{D2} + m_{D3})}{m_{D0}} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中： m_{D0} ——还原后转鼓前试样的质量，g；

m_{D1} ——留在 6.30mm 筛上的试样质量，g；

m_{D2} ——留在 3.15mm 筛上的试样质量，g；

m_{D3} ——留在 500 μ m 筛上的质量，g。

重复性和试验次数在附录 A(补充件)中给出。

试验结果精确到小数点后一位数，按 GB 8170 中进舍规则修约。

试验结果的评定，以 $RDI+3.15$ 的结果为考核指标， $RDI+6.3$ 和 $RDI-0.5$ 只作为参考指标。

10 试验报告

试验报告包括以下内容：

- a. 试验单位；
- b. 试验报告发表日期；
- c. 参照本标准；
- d. 试样说明；
- e. 还原粉化指数 RDI ；
- f. 所用的还原气体组成；
- g. 筛分条件，例如筛分方法和筛分时间；
- h. 加进转鼓内的和从转鼓中取出来的总质量；
- i. 在本标准中没有规定的但可能影响试验结果的其他操作和试验条件。

附录 A
重现性和试验次数
(补充件)

还原粉化指数 RDI 两个试验结果之极差的大小,将决定是否需要进行补充试验。极差范围的等级列于表 A1(绝对值, $\%(m/m)$)。

表 A1

还原粉化指数平均值 RDI $\%(m/m)$	$ x_1 - x_2 $ 极差范围		
	A	B	C
100	—	—	—
95	1.5	1.8	2.0
90	3.0	3.6	3.9
85	4.5	5.4	5.9
80	6.0	7.2	7.8
75	7.5	9.0	9.8
50	7.5	9.0	9.8
25	7.5	9.0	9.8
20	6.0	7.2	7.8
15	4.5	5.4	5.9
10	3.0	3.6	3.9
5	1.5	1.8	2.0
0	—	—	—

最终试验结果数值的确定程序如 A1~A4。平均指数精确到小数点后一位数字。

规定 x_1 、 x_2 、 x_3 和 x_4 分别为第一次、第二次、第三次和第四次的试验结果。

规定 x_{\max} 和 x_{\min} 分别为本次检验的 3 个或 4 个结果中的最大值和最小值。

A1 如果 $|x_1 - x_2| \leq A$, 则取两次结果的平均值。

A2 如果 $|x_1 - x_2| > A, \leq B$, 则进行第三次试验, 得出 x_3 。

A2.1 如果 $x_{\max} - x_{\min} \leq B$, 则取三次结果的平均值。

A2.2 如果 $x_{\max} - x_{\min} > B$, 则做第四次试验, 得出 x_4 。

A2.3 如果 $x_{\max} - x_{\min} \leq C$, 则取四次结果的平均值。

A2.4 如果 $x_{\max} - x_{\min} > C$, 则舍去 x_{\max} 和 x_{\min} , 取其余两个中间值的平均值。

A3 如果 $|x_1 - x_2| > B, \leq C$, 一次就要再做两次试验, 得出 x_3 、 x_4 。

A3.1 如果 $x_{\max} - x_{\min} \leq C$, 则取四次结果的平均值。

A3.2 如果 $x_{\max} - x_{\min} > C$, 则舍去 x_{\max} 和 x_{\min} , 取其余两个中间值的平均值。

A4 如果 $|x_1 - x_2| > C$, 则一次就要再做两次试验, 得出 x_3 和 x_4 , 去掉其中的 x_{\max} 和 x_{\min} , 取其中两个中间值的平均值。

附录 B
关于还原度 RI_D 的计算方法
(参考件)

B1 在测定铁矿石低温还原粉化指数 RDI 的同时,如果还需要了解相应的还原度,可以用式(B1)计算还原 1h 的还原度 RI_D ,以三价铁状态为基准,用质量百分数表示。

$$RI_D(\%) = \left(\frac{0.111W_1}{0.430W_2} + \frac{m_0 - m'}{m_0 \times 0.430W_2} \times 100 \right) \times 100 \quad \text{..... (B1)}$$

式中: m_0 ——还原试验前试样的质量, g;

m' ——即 m_{100} ,还原 1h 从还原管中倒出的试样质量, g;

W_1 ——试验前试样中 FeO 含量, % (m/m);

W_2 ——试验前试样的 TFe 含量, % (m/m)。

B2 试验结果以平均值报出,精确到小数点后一位数字,试验次数决定于还原粉化指数 $RDI + 3.15$ 。

B3 对于需要得出比较准确的低温还原度 RI_D 的铁矿石,可采用感量为 1g 的连续称量装置,计算式(B2)如下:

$$RI_D = \left(\frac{0.111W_1}{0.430W_2} + \frac{m_1 - m_2}{m_1 \times 0.430W_2} \times 100 \right) \times 100 \quad \text{..... (B2)}$$

式中: m_1 ——还原开始前试样的质量, g;

m_2 ——还原 1h 后试样的质量, g。

B4 RI_D 仅供参考,铁矿石交货批量的还原度指数以 GB/T 13241 的结果 RI 为正式考核指标。

附加说明:

本标准由中华人民共和国冶金工业部提出。

本标准由包头钢铁稀土公司、长沙黑色冶金矿山设计研究院等负责起草。