

中华人民共和国国家标准

GB/T 24189—2024/ISO 7215:2015

代替 GB/T 24189—2009

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 7215:2015, IDT)

2024-05-28 发布

2024-12-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件代替 GB/T 24189—2009《高炉用铁矿石 用最终还原度指数表示的还原性的测定》，与 GB/T 24189—2009 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术内容变化如下：

- a) 删除了试验设备组成中的计时器(见 2009 年版的 6.1)；
- b) 更改了还原操作(见 8.3, 2009 年版的 8.3)；
- c) 增加 FeO 换算因子的规定(见 9.1)。

本文件等同采用 ISO 7215:2015《高炉用铁矿石 用最终还原度指数表示的还原性的测定》。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国钢铁工业协会提出。

本文件由全国铁矿石与直接还原铁标准化技术委员会(SAC/TC 317)归口。

本文件起草单位：宝山钢铁股份有限公司、鞍山星源达科技有限公司、绍兴市上虞宏兴机械仪器制造有限公司、冶金工业信息标准研究院。

本文件主要起草人：陈小奇、王春生、褚永俊、康希平、赵晶晶、林学武、胡京可、项恩广、张关来、陈津。

本文件于 2009 年首次发布，本次为第一次修订。

高炉用铁矿石 用最终还原度指数 表示的还原性的测定

警示——使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件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

本文件规定了在模拟高炉还原区域的条件下,从铁矿石中分离氧的程度的相对测量方法。
本文件适用于块矿、烧结矿和球团矿。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

ISO 2597-1 铁矿石 全铁含量的测定 第1部分:氯化锡(Ⅱ)还原滴定法[Iron ores—Determination of total iron content—Part 1:Titrimetric method after tin(Ⅱ)chloride reduction]

注:GB/T 6730.70—2013 铁矿石 全铁含量的测定 氯化亚锡还原滴定法(ISO 2597-1:2006,MOD)

ISO 2597-2 铁矿石 全铁含量的测定 第2部分:氯化钛(Ⅲ)还原滴定法[Iron ores—Determination of total iron content—Part 2:Titrimetric methods after titanium(Ⅲ)chloride reduction]

注:GB/T 6730.5—2022 铁矿石 全铁含量的测定 三氯化钛还原后滴定法(ISO 2597-2:2019,MOD)

ISO 3082 铁矿石 取样和制样方法(Iron ores—Sampling and sample preparation procedures)

注:GB/T 10322.1—2014 铁矿石 取样和制样方法(ISO 3082:2009,IDT)

ISO 9035 铁矿石 酸溶亚铁(Ⅱ)含量的测定 滴定法(Iron ores—Determination of acid-soluble iron(Ⅱ)content—Titrimetric method)

注:GB/T 6730.71—2014 铁矿石 酸溶亚铁含量的测定 滴定法(ISO 9035:1989,MOD)

ISO 11323 铁矿石和直接还原铁 术语(Iron ore and direct reduced iron—Vocabulary)

注:GB/T 20565—2022 铁矿石和直接还原铁 术语(ISO 11323:2010,IDT)

3 术语和定义

ISO 11323 界定的术语和定义适用于本文件。

4 原理

用由CO和N₂组成的还原气体,在900℃的固定床中对试验样进行180 min的恒温还原。根据180 min后氧的损失量计算最终还原度(R_{180})。

5 取样、制样和试验样的制备

5.1 取样和制样

交货批的取样和试验样的制备应符合 ISO 3082。
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至少 2.5 kg。
在 105 °C ±5 °C 的温度下,将试样烘干至恒定质量,并在制备试样前将其冷却至室温。
注:当两次连续测量之间的质量差小于试样初始质量的 0.05 % 时,则认为试样达到恒定质量。

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:ISO 3082 推荐采用的手工缩分法,例如缩分器,能用于缩分试样。
从试样中制备最少 5 个试验样,每个约 500 g(±1 粒的质量),4 个用于试验,1 个用于化学分析。
称量试验样精确至 1 g,并在试验记录上记录每个试验样质量。

6 设备

6.1 通则

试验设备组成包括:
a) 常用试验设备,例如干燥箱、手工工具和安全设备;
b) 反应管;
c) 炉子配有天平,在试验期间能够随时称量试验样质量损失;
d) 供气和流量调节系统;
e) 称量装置。
试验设备示意图如图 1 所示。

6.2 还原反应管

由耐 900 °C 高温不变形、抗氧化的金属材料制成,内径 75 mm ±1 mm,反应管内安装一个可取出、能耐 900 °C 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

加热炉具备加热和温度控制能力,能确保整个试验样在试验床通入气体后温度保持在 900 °C ±10 °C。

6.4 天平

能称量整套反应管(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

能够称量试样和试验样精确至 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 °C,气压是 101.325 kPa(1.013 25 bar)。

7.2 还原气体

7.2.1 成分

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 试验样温度

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个制样后按照 ISO 9035 和 ISO 2597-1 或 ISO 2597-2 分别测定

FeO 含量(w_1)和 TFe 含量(w_2)。

8.3 还原

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

注:为了实现更均匀的气体流动,可以在穿孔板和试验样之间放置 10.0 mm~12.5 mm 的两层瓷球。

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,如图 1 所示。

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。温度在 900 °C ±10 °C 恒温 30 min,保持 N₂ 流量继续加热直到试验样质量至恒重。

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。应根据国家安全条例采取防护措施以保护操作者的安全。

天平去皮后,启动时间控制装置,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 后,记录试验样损失质量(Δm),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:如果需要对应的还原曲线,前 1 h 至少每 10 min、后 2 h 至少每 15 min 记录一次试验样质量。

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

9 结果表示

9.1 还原度的计算(R_{180})

最终还原度 R_{180} 以公式(1)计算,用质量分数(%)表示。

$$R_{180} = \left[\frac{\Delta m}{m_0 (0.430w_2 - 0.111w_1)} \times 100 \right] \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- m_0 —— 试验样的质量,单位为克(g);
 - Δm —— 还原 180 min 后试验样减少的质量,单位为克(g);
 - w_1 —— 试验样中 FeO 的质量分数(%),是按 ISO 9035 的规定由二价铁含量乘以换算因子 1.286 得到的;
 - w_2 —— 在试验前按照 ISO 2597-1 或 ISO 2597-2 测定的试验样中 TFe 的质量分数(%)。
- 计算结果保留小数点后一位。

9.2 R_{180} 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 的重复性限,报告结果保留小数点后一位。
附录 B 给出了最终还原度计算公式的推导过程。

表 1 重复性限(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 试验报告

试验报告应包含下列信息：

- a) 本文件编号；
- b) 识别试样的所有必要信息；
- 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) 本文件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_{180} ；
- i) 还原前试验样的 TFe 和 FeO 含量。

11 校验

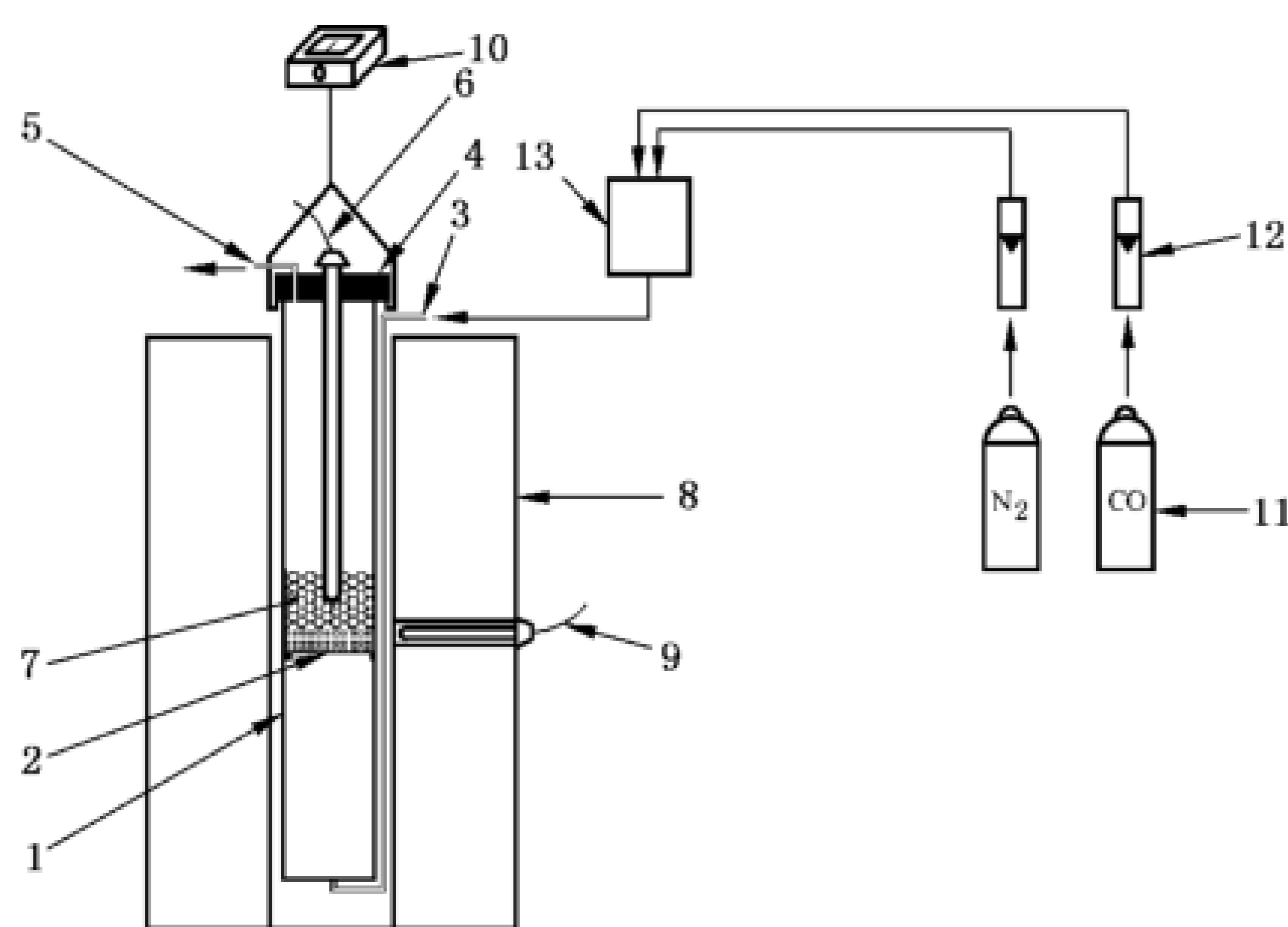
定期检查设备对保证试验结果的可靠性是非常必要的。检查应定期进行,间隔时间由每个试验室自己决定。

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。

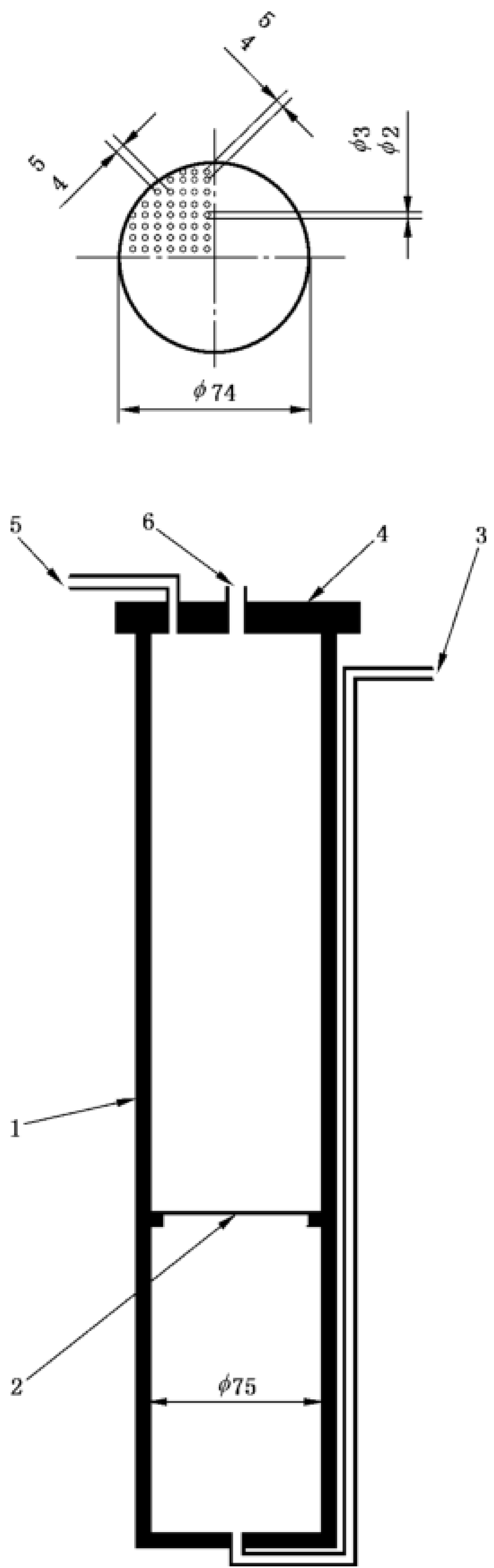
应保存试验过程的适当记录。



- 标引序号说明：
- | | |
|----------------|---------------|
| 还原反应管： | 试验炉： |
| 1——还原反应管壁； | 8 ——电加热炉； |
| 2——孔板； | 9 ——控制炉温用热电偶； |
| 3——进气口； | 10——天平； |
| 4——盖子； | 供气系统： |
| 5——出气口； | 11——气瓶； |
| 6——测量还原温度的热电偶； | 12——气体流量计； |
| 7——试验样； | 13——混合罐。 |

图 1 试验设备举例(示意图)

单位为毫米



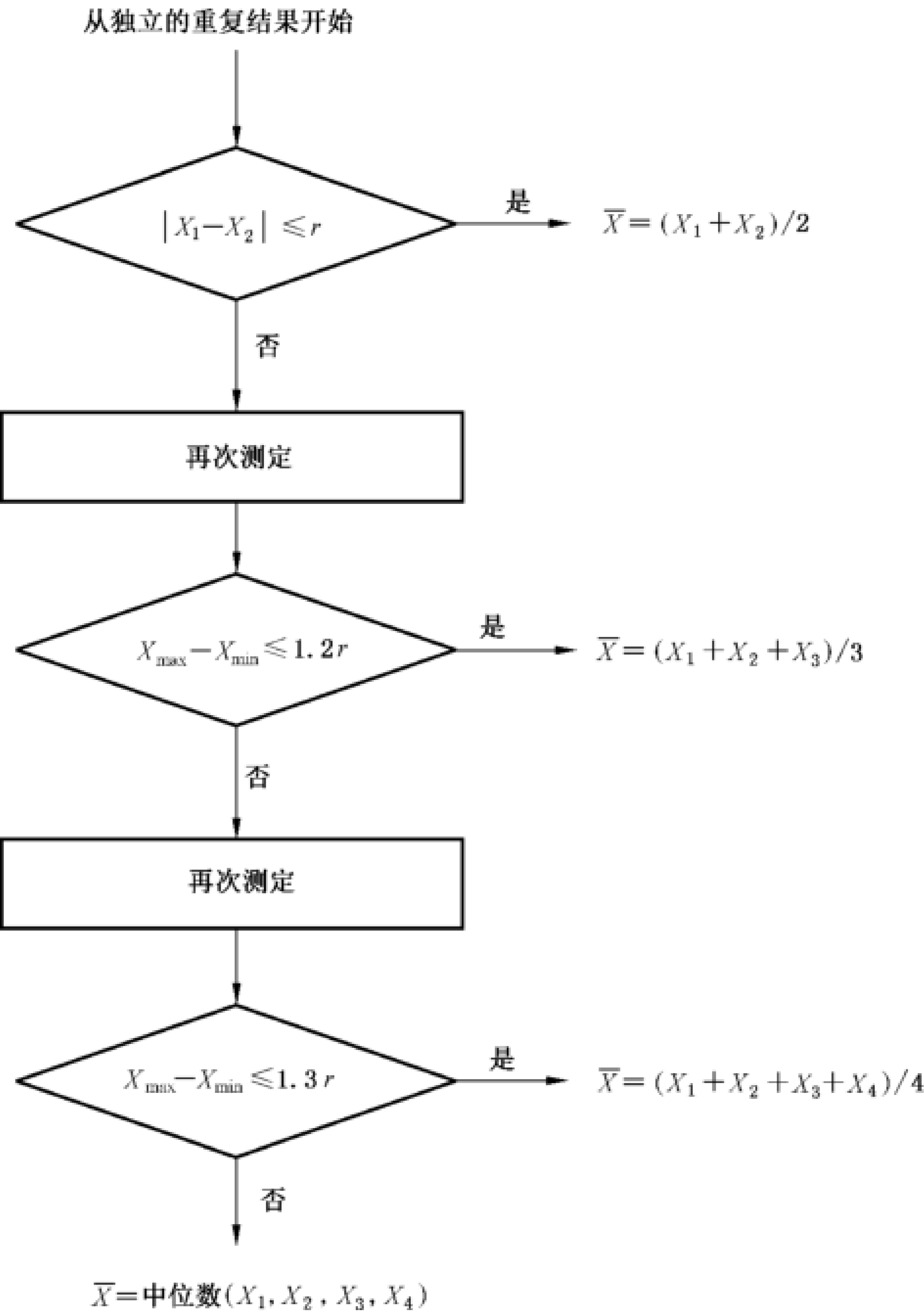
标引序号说明：

- 1——还原反应管壁；
- 2——孔板；
- 3——进气口；
- 4——盖子；
- 5——出气口；
- 6——热电偶插孔。

注：并未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)

附录 A
(规范性)
试验结果验收流程图



r :见表 1。

附录 B

(资料性)

最终还原度计算公式的推导

B.1 基本公式

9.1 中给出的 R_f 式是从公式(B.1)推导出来的。

$$R_f = \frac{m_f}{m_3} \times 100 \quad \dots\dots\dots (B.1)$$

式中:

m_f ——180 min 还原期间氧的损失量,单位为克(g);

m_3 ——还原前与铁结合的总氧量,单位为克(g)。

B.2 计算公式推导

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)。公式(B.1)中氧的总量 m_3 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,由公式(B.2)可以得到 m_3 。

$$m_3 = m_4 + m_5 = m_0 \left(w_3 \frac{3A_{\text{O}}}{2A_{\text{Fe}}} + w_1 \frac{A_{\text{O}}}{M} \right) \times 100 \quad \dots\dots\dots (B.2)$$

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);

w_3 —— Fe_2O_3 中铁的质量分数,%;

A_{O} ——氧的相对原子质量,16.00;

A_{Fe} ——铁的相对原子质量,55.85;

M —— FeO 的相对分子质量,71.85;

m_0 和 w_1 与 9.1 中含义相同。

又因为:

$$\Delta_f = m_1 - m_2$$

$$w_3 = w_2 - \frac{A_{\text{Fe}}}{M} w_1$$

式中:

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 和 w_2 与 9.1 中含义相同。

将公式(B.2)中的 m_3 代入公式(B.1),通过公式(B.3)得到最终还原度 R_f ,用百分数表示。

$$R_f = \frac{(m_1 - m_2) \times 100}{m_0 \left[\left(w_2 - \frac{A_{\text{Fe}}}{M} w_1 \right) \frac{3A_{\text{O}}}{2A_{\text{Fe}}} + \frac{A_{\text{O}}}{M} w_1 \right] \times \frac{1}{100}} \quad \dots\dots\dots (B.3)$$

$$R_f = \left\{ \frac{m_1 - m_2}{m_0 \left[\left(w_2 - \frac{55.85}{71.85} w_1 \right) \frac{48.00}{111.70} + \frac{16.00}{71.85} w_1 \right] \times 100} \right\} \times 100$$

$$R_{180} = \left[\frac{\Delta m}{m_0 (0.430w_2 - 0.111w_1)} \times 100 \right] \times 100$$

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准

高炉用铁矿石 用最终还原度指数
表示的还原性的测定

GB/T 24189—2024/ISO 7215:2015

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址:www.spc.net.cn

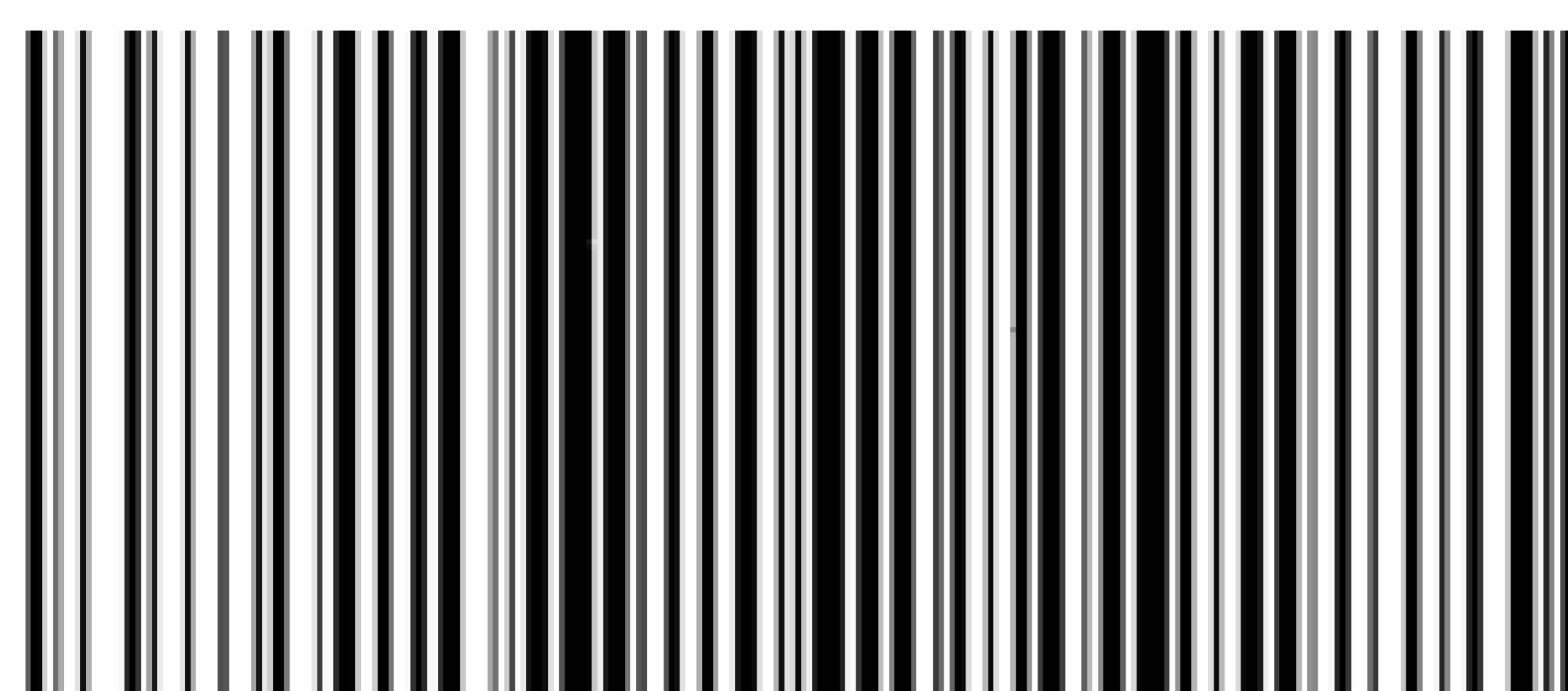
服务热线:400-168-0010

2024年5月第一版

*

书号:155066·1-76157

版权专有 侵权必究



GB/T 24189-2024

www.bzxz.net

免费标准下载网