
Norme internationale



4695

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION • МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ • ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

Minerais de fer — Détermination de la réductibilité

Iron ores — Determination of reducibility

Première édition — 1984-06-15

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 4695:1984](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/03d3f8e6-a9df-4e1a-9255-b06209287ffe/iso-4695-1984>

CDU 553.31 : 620.1 : 669.173.2

Réf. n° : ISO 4695-1984 (F)

Descripteurs : minéral, minéral métallifère, minerai de fer, essai, détermination, taux d'érouissage, appareil.

Prix basé sur 7 pages

Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique correspondant. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO, participent également aux travaux.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes internationales par le Conseil de l'ISO.

La Norme internationale ISO 4695 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 102, *Minerais de fer*, et a été soumise aux comités membres en novembre 1982.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée:

<u>ISO 4695:1984</u>		
Afrique du Sud, Rép. d'	France	Suède
Allemagne, R.F.	Italie	Tchécoslovaquie
Australie	Japon	URSS
Canada	Pologne	USA
Chine	Portugal	Venezuela
Corée, Rép. dém. p. de	Roumanie	
Égypte, Rép. arabe d'	Royaume-Uni	

Le comité membre du pays suivant l'a désapprouvée pour des raisons techniques:

Inde

Minerais de fer — Détermination de la réductibilité

0 Introduction

La méthode d'essai de réductibilité est l'une des différentes techniques utilisées pour évaluer le comportement des minerais de fer naturels ou prétraités dans des conditions spécifiques. Les conditions spécifiques impliquées dans cet essai sont: la réduction isotherme, la réduction dans un lit fixe, la réduction au moyen de monoxyde de carbone, et un échantillon dans une tranche granulométrique spécifiée.

Les résultats de cet essai devraient être considérés en liaison avec ceux d'autres essais, en particulier ceux indiquant le comportement physique des matériaux pendant la réduction.

L'annexe, donnant l'origine mathématique des formules pour la réductibilité est incluse pour information seulement et ne fait pas partie intégrante de la présente Norme internationale.

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de détermination de la réductibilité, exprimée en vitesse de réduction des minerais de fer naturels et agglomérés, tels que les boulettes ou frittés.

2 Références

ISO 2597, *Minerais de fer — Dosage du fer total — Méthode titrimétrique.*¹⁾

ISO 3081, *Minerais de fer — Échantillonnage par prélèvements — Méthode manuelle.*²⁾

ISO 3082, *Minerais de fer — Échantillonnage par prélèvements et préparation des échantillons — Méthode mécanique.*³⁾

ISO 3083, *Minerais de fer — Préparation des échantillons — Méthode manuelle.*⁴⁾

1) Actuellement au stade de projet. (Révision de l'ISO 2597-1973.)

2) Actuellement au stade de projet. (Révision de l'ISO 3081-1973.)

3) Actuellement au stade de projet.

4) Actuellement au stade de projet. (Révision de l'ISO 3083-1973.)

5) 1 mmHg \approx 0,133 3 kPa; 1 atm = 0,101 325 MPa

3 Définition

Dans le cadre de la présente Norme internationale, la définition suivante est applicable.

3.1 réductibilité: Mesure de la facilité avec laquelle on peut enlever l'oxygène combiné au fer des minerais de fer naturels ou traités avec un gaz réducteur. La réductibilité est exprimée comme la vitesse de réduction à un rapport atomique O/Fe = 0,9 par rapport à l'état de fer(III).

4 Principe

Réduction isotherme de la prise d'essai d'une tranche granulométrique spécifiée dans un lit fixe, à une température de 950 °C par un gaz réducteur composé de monoxyde de carbone (CO) et d'azote (N₂).

Pesée de la prise d'essai à intervalles de temps spécifiés.

Calcul du degré de réduction par rapport à l'état de fer(III) et calcul de la vitesse de réduction au rapport oxygène/fer de 0,9.

5 Gaz réducteur

Les volumes et les débits des gaz utilisés dans cette Norme internationale sont ceux mesurés à une température de 0 °C et à la pression atmosphérique (101,325 kPa).⁵⁾

Le gaz réducteur doit avoir la composition suivante:

CO	40 ± 0,5 % (V/V)
N ₂	60 ± 0,5 % (V/V)

Les impuretés dans le gaz réducteur ne doivent pas dépasser

H ₂	0,2 % (V/V)
CO ₂	0,2 % (V/V)
O ₂	0,1 % (V/V)
H ₂ O	0,2 % (V/V)

6 Appareillage

L'appareillage doit consister en

- un système de fourniture et de régulation des gaz;
- un tube de réduction;
- un dispositif de pesée pour déterminer la perte en oxygène à intervalles réguliers;
- un four électrique permettant de chauffer la prise d'essai à la température spécifiée;
- des tamis de contrôle.

La figure 1 montre un exemple de dispositif de tube de réduction et de four.

6.1 Tube de réduction, fabriqué en un métal résistant au criquage et à une température supérieure à 950 °C. La plaque perforée est montée dans le tube de réduction pour supporter la prise d'essai. Le diamètre du lit d'échantillon doit être de 75 ± 1 mm.

La figure 2 montre un exemple de tube de réduction.

6.2 Four, ayant une capacité de chauffage suffisante pour maintenir la prise d'essai complète et les gaz entrant dans le lit à 950 ± 10 °C.

6.3 Dispositif de pesée, capable de peser la charge à une précision de 1 g. Le dispositif de pesée doit être vérifié à intervalles réguliers en ce qui concerne la sensibilité.

6.4 Tamis de contrôle, se conformant aux spécifications de tamis d'essais normalisés, et ayant des ouvertures de maille carrées de dimensions nominales suivantes:

16,0 mm, 12,5 mm et 10,0 mm.

7 Préparation de l'échantillon pour essai

7.1 Généralités

Dans le cas d'un essai commercial, l'échantillon pour essai doit être préparé conformément à l'ISO 3082¹⁾ ou l'ISO 3083,¹⁾ à partir de l'échantillon pour essai physique qui a été prélevé selon l'ISO 3081¹⁾ ou l'ISO 3082.¹⁾ L'échantillon pour essai doit être séché à l'étuve à 105 ± 5 °C et refroidi à température ambiante avant l'essai.

7.2 Échantillon pour essai de réductibilité

Une quantité d'échantillon pour essai suffisante pour fournir au moins cinq prises d'essais de 500 g devra être préparée de la façon suivante.

a) Boulettes

L'échantillon pour essai de la tranche granulométrique allant de 10,0 à 12,5 mm doit être obtenu par tamisage et ensuite seules les boulettes prélevées au hasard doivent être utilisées pour l'essai.

b) Minerai ou frittés

L'échantillon pour essai de la tranche granulométrique comprise entre 10,0 et 12,5 mm doit être préparé de la façon suivante:

Passer l'échantillon sur un tamis de 12,5 mm et concasser soigneusement le matériau au-dessus de 12,5 mm jusqu'à ce qu'il passe entièrement à travers le tamis de 16,0 mm. Rassembler toutes les fractions et retirer de l'échantillon par tamisage le matériau supérieur à 12,5 mm et inférieur à 10,0 mm.

NOTE — La réductibilité des minerais de fer est une fonction de la tranche granulométrique des particules de telle sorte que les résultats obtenus selon la présente Norme internationale se rapportent seulement au matériau dont la tranche granulométrique est comprise entre 10,0 et 12,5 mm. Si la réductibilité d'un minerai de fer d'une autre tranche granulométrique est utilisée, elle doit être obtenue par un essai de réductibilité séparé ou par d'autres moyens. Les minerais de fer ayant un diamètre maximal supérieur à 16,0 mm ne doivent pas être soumis à essai au moyen de l'appareillage spécifié dans la présente Norme internationale.

7.3 Échantillon pour analyse chimique

Une prise d'essai de 500 g doit être conservée pour les dosages du fer total et du fer(II).

8 Conditions d'essai

8.1 Débit du gaz réducteur

Le débit du gaz réducteur (chapitre 5) doit, pendant la période d'essai, être maintenu à $50 \pm 0,5$ l/min.

8.2 Température de l'essai

La prise d'essai est réduite à une température de 950 °C.

Le gaz réducteur doit être préchauffé avant son entrée dans la prise d'essai afin de maintenir la prise d'essai à 950 ± 10 °C pendant toute la durée de l'essai.

1) Actuellement ces Normes internationales ne donnent aucune spécification applicable à la présente Norme internationale. Une annexe sera préparée dans ce but ultérieurement.

9 Mode opératoire

9.1 Nombre de déterminations

Effectuer l'essai généralement en double sur un même échantillon de minerai.

9.2 Autres déterminations

Simultanément à l'essai, déterminer la teneur en fer(III)¹⁾ et, conformément à l'ISO 2597, la teneur en fer total.

9.3 Prise d'essai

Peser, à 1 g près, environ 500 g (± 1 particule) de l'échantillon pour essai (masse m_0).

9.4 Réduction

Placer la prise d'essai (9.3) dans le tube de réduction (6.1) de manière que la surface soit plane. Afin d'atteindre un débit de gaz plus uniforme, un lit de deux couches de boulettes en porcelaine, d'une tranche granulométrique comprise entre 10,0 et 12,5 mm, peut être placé entre la plaque perforée et la prise d'essai.

Fermer l'extrémité supérieure du tube de réduction. Introduire le tube de réduction dans le four (6.2) et le suspendre au centre du dispositif de pesée (6.3) en s'assurant qu'il n'y a pas contact avec le four ou les éléments chauffants.

Faire passer un flux de gaz inerte à travers le tube de réduction à un débit approximativement de 25 l/min et commencer le chauffage. Lorsque la température de la prise d'essai approche 950 °C, augmenter le débit de gaz inerte à 50 l/min. Poursuivre le chauffage, en maintenant le débit de gaz inerte jusqu'à ce que la masse de la prise d'essai soit constante (masse m_1) et que la température soit constante à 950 ± 10 °C.

ATTENTION – Le monoxyde de carbone et le gaz réducteur qui contient du monoxyde de carbone sont toxiques et donc dangereux. Pendant la réalisation des opérations suivantes, l'essai doit être effectué dans une aire bien ventilée ou sous une hotte. Des précautions conformes aux règles de sécurité de chaque pays doivent être prises pour assurer la sécurité de l'opérateur.

Introduire le gaz réducteur à un débit de 50 l/min pour remplacer le gaz inerte. Enregistrer la masse de la prise d'essai au moins toutes les 3 min les premières 15 min et ensuite à intervalles de 10 min.

Arrêter la réduction quand la perte d'oxygène atteint 65 %. Si, après 4 h, cela n'est pas atteint, l'essai peut être arrêté.

NOTE – Si on le désire, la prise d'essai peut alors être refroidie sous un flux de gaz inerte pour permettre l'examen de l'échantillon.

1) Une Norme internationale pour le dosage de fer(II) est actuellement en cours d'élaboration et, jusqu'à sa publication, la norme reconnue dans chaque pays peut être appliquée.

2) L'origine de la formule est donnée dans l'annexe.

3) Dans le cas d'un essai commercial, il serait préférable d'adopter w_1 (%) et w_2 (%) obtenus pour une livraison au lieu de la prise d'essai (7.3).

4) Le facteur de conversion du fer(II) en oxyde de fer(II) est $\text{FeO}/\text{Fe(II)} = 1,286$.

5) Le rapport atomique O/Fe = 0,9 équivaut à un degré de réduction de 40 %.

10 Expression des résultats

10.1 Calcul du degré de réduction

Calculer le degré de réduction après le temps t , R_t , en pourcentage par rapport à l'état de fer(III), à l'aide de la formule suivante²⁾:

$$\left[\frac{0,111 w_1 (\%)}{0,430 w_2 (\%)} + \frac{m_1 - m_t}{m_0 \times 0,430 w_2 (\%)} \times 100 \right] \times 100$$

où

m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai;

m_1 est la masse, en grammes, de la prise d'essai, immédiatement avant le démarrage de la réduction;

m_t est la masse, en grammes, de la prise d'essai après le temps de réduction t ;

w_1 (%)³⁾ est la teneur en oxyde de fer(II), en pourcentage en masse, de l'échantillon pour essai avant l'essai et est calculée à partir de la teneur en fer(II) en la multipliant par un facteur de 1,286;⁴⁾

w_2 (%)³⁾ est la teneur en fer total, en pourcentage en masse, de l'échantillon pour essai avant l'essai, déterminée par l'ISO 2597.

Tracer une courbe de réduction en portant le degré de réduction R_t par rapport au temps t .

10.2 Calcul de l'indice de réductibilité

Lire sur la courbe de réduction le temps, en minutes, pour atteindre des degrés de réduction de 30 % et 60 %.

L'indice de réductibilité, exprimée en vitesse de réduction au rapport atomique de O/Fe de 0,9⁵⁾, en pourcentage par minute, est calculé à partir de la formule suivante²⁾:

$$\frac{dR}{dt} (\text{O/Fe} = 0,9) = \frac{33,6}{t_{60} - t_{30}}$$

où

t_{30} est le temps, en minutes, pour atteindre un degré de réduction de 30 %;

t_{60} est le temps, en minutes, pour atteindre un degré de réduction de 60 %;

33,6 est la constante.

Exprimer le résultat jusqu'à la deuxième décimale.

NOTE — Dans certains cas, un degré de réduction de 60 % n'est pas atteint à l'issue de l'essai. Dans de tels cas, des valeurs plus basses peuvent être admises au moyen de la formule suivante :

$$\frac{dR}{dt} (O/Fe = 0,9) = \frac{K}{t_y - t_{30}}$$

où

t_y est le temps, en minutes, pour atteindre un degré de réduction de y % ;

K est la constante dépendant de y % :

si $y = 50$ %, la valeur de K est 20,2 ;

si $y = 55$ %, la valeur de K est 26,5.

10.3 Tolérance admissible et acceptation des résultats

Pour une paire de résultats, les deux résultats individuels doivent se situer dans l'intervalle de $\pm 2,5$ % de la valeur moyenne de la paire de résultats. L'indice de réductibilité pris doit être égal à la moyenne arithmétique d'une paire de résultats arrondie au 0,01 %/min le plus proche.

Si la différence entre les résultats appariés ne concorde pas avec la tolérance admissible, un autre essai en double doit être effectué. L'indice de réductibilité donné doit être égal à la moyenne arithmétique des quatre résultats arrondie au 0,01 %/min le plus proche.

11 Procès-verbal d'essai

Le procès-verbal d'essai doit contenir les informations suivantes :

- la référence à la présente Norme internationale ;
- la description de l'échantillon pour essai ;
- l'indice de réductibilité ;
- la teneur en fer total et la teneur en fer(II) de l'échantillon avant la réduction ;
- la perte en masse par rapport au temps, si nécessaire.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4695:1984

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/03d3f8e6-a9df-4e1a-9255-b06209287ff/iso-4695-1984>

Dimensions en millimètres
(Uniquement à titre indicatif)

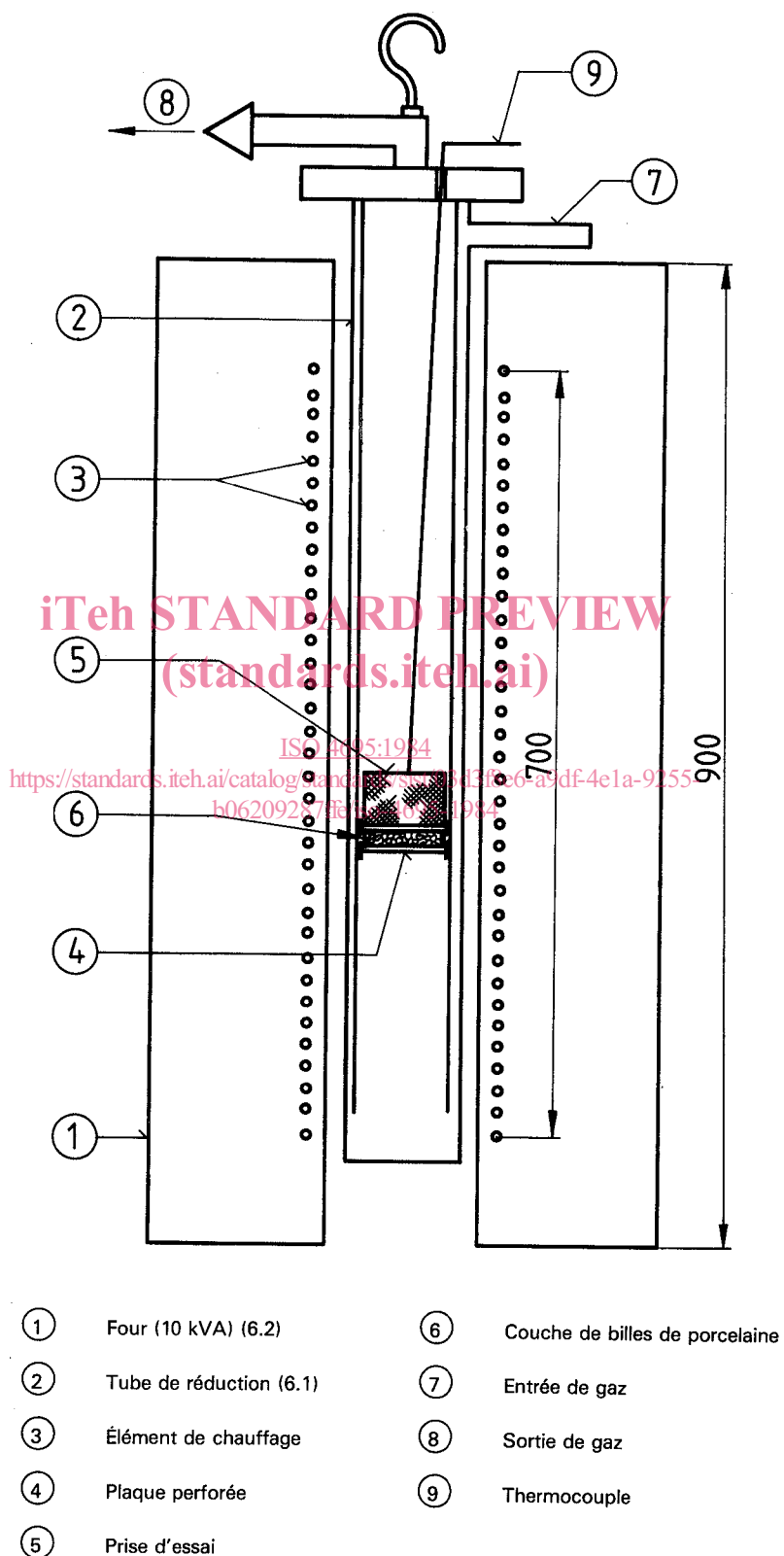
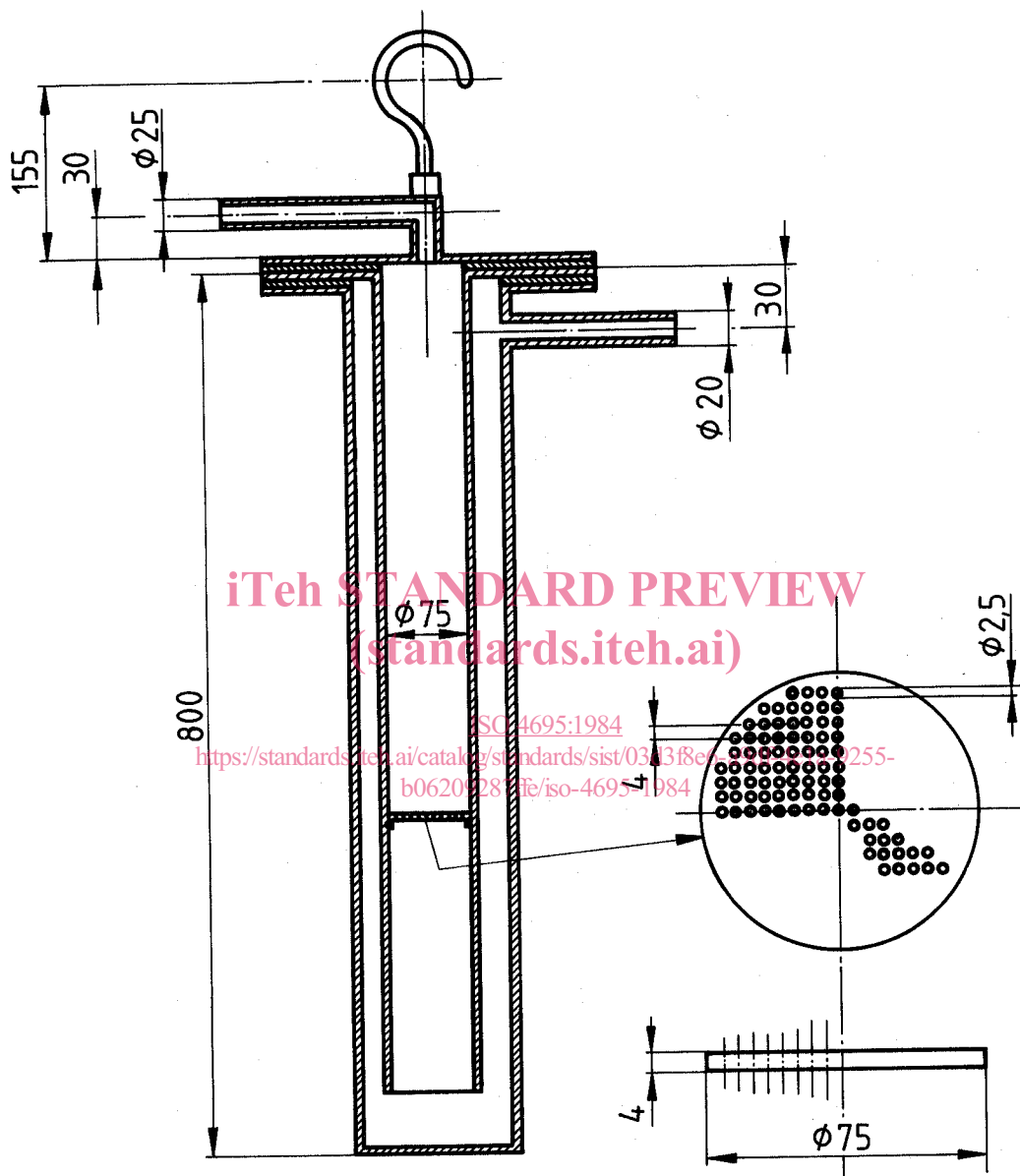


Figure 1 — Exemple d'appareillage d'essai

Dimensions en millimètres



Plaque perforée

- Diamètre de trou: 2,5 mm
- Distance entre deux trous: 4 mm
- Nombre de trous: 241
- Surface totale des trous: 1 180 mm²
- Épaisseur de la plaque: 4 mm

NOTE — Les dimensions non spécifiées dans le chapitre 6 sont données uniquement à titre indicatif.

Figure 2 — Exemple de tube de réduction (6.1)

Annexe

Origine de la formule pour la réductibilité

(Uniquement à titre indicatif.)

Le « degré de réduction » exprime jusqu'à quel point l'oxygène a été enlevé des oxydes de fer, et est défini généralement comme indiqué ci-dessous :

$$\text{Degré de réduction} = \frac{\text{Oxygène enlevé des oxydes de fer}}{\text{Oxygène originel combiné au fer}} \quad \dots \text{ (A1)}$$

La formule donnée en 8.5 découle de l'hypothèse que tout l'oxygène combiné au fer est présent sous la forme d'hématite, alors que pour la plupart des minerais de fer de la magnétite (Fe_3O_4), de la wustite (FeO) et du fer métallique sont également présents. Par conséquent, le degré de réduction est estimé à partir de la perte en masse de la prise d'essai au cours de la réduction plus la différence entre la teneur en oxygène théorique de l'échantillon original, basée sur tout le fer associé sous la forme de Fe_2O_3 , et la teneur en oxygène vraie basée sur les quantités réelles de Fe_2O_3 , Fe_3O_4 dans l'échantillon.

$$R_t = \frac{m_0 w_1 \times \frac{8}{71,85}}{m_0 w_2 \times \frac{48}{111,7}} \times 100 + \frac{m_1 - m_t}{m_0 \times \frac{w_2}{100} \times \frac{48}{111,7}} \times 100 \quad \dots \text{ (A2)}$$

La formule donnée en 9.1 découle de l'hypothèse que la vitesse d'enlèvement de l'oxygène des minerais de fer est une réaction de premier ordre par rapport à la concentration originelle de l'oxygène.

$$-\frac{dO}{dt} = kO_v \quad \dots \text{ (A3)}$$

$$dO = -dR \times \frac{O_{\text{total}}}{100} \quad \dots \text{ (A4)}$$

$$\frac{O_v}{O_{\text{total}}} = 1 - \frac{R}{100} \quad \dots \text{ (A5)}$$

où

O_v est la teneur en oxygène originel ;

O_{total} est l'oxygène total combiné avec le fer (sous forme de Fe_2O_3) ;

R est le degré de réduction.

Des équations (A3), (A4) et (A5), on tire la vitesse de réduction :

$$\frac{dR}{dt} = k \left(1 - \frac{R}{100} \right) \times 100 \quad \dots \text{ (A6)}$$

L'intégration de l'équation (A6) donne

$$\log_{10} \left(1 - \frac{R}{100} \right) = -0,434 kt + C$$

Pour R compris entre 30 et 60 %, ,

$$k = \frac{-\log_{10} (1 - 60/100) + \log_{10} (1 - 30/100)}{0,434 (t_{60} - t_{30})} = \frac{0,56}{t_{60} - t_{30}} \quad \dots \text{ (A7)}$$

Dans le cas d'hématite, le rapport oxygène/fer de 0,9 a la même signification que $R = 40$ %. En prenant $R = 40$ % et en portant l'équation (A7) dans l'équation (A6), on obtient la valeur de dR/dt (avec $O/\text{Fe} = 0,9$), c'est-à-dire

$$\frac{dR}{dt} (O/\text{Fe} = 0,9) = \frac{33,6}{t_{60} - t_{30}}$$