
Norme internationale



4696

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

Minerais de fer — Essai de désagrégation à basse température — Méthode au tambour à froid après réduction statique

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

Première édition — 1984-03-01

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 4696:1984](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/debc5317-67c6-47b9-83db-2a2285f91253/iso-4696-1984)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/debc5317-67c6-47b9-83db-2a2285f91253/iso-4696-1984>

CDU 553.31 : 542.4

Réf. n° : ISO 4696-1984 (F)

Descripteurs : minerai de fer, essai, conditions d'essai, essai à basse température, méthode par réduction, dégradation au tambour, essai de désintégration.

Prix basé sur 6 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 4696 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:

Afrique du Sud, Rép. d'	France	Royaume-Uni
Allemagne, R.F.	Inde	Suède
Australie	Italie	Tchécoslovaquie
Canada	Japon	URSS
Chine	Pologne	USA
Corée, Rép. dém. p. de	Portugal	Venezuela
Égypte, Rép. arabe d'	Roumanie	

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

Minerais de fer — Essai de désagrégation à basse température — Méthode au tambour à froid après réduction statique

0 Introduction

La présente Norme internationale décrit une méthode d'essai en vue d'évaluer le comportement à la désagrégation des minerais de fer réduits dans un lit fixe, dans des conditions spécifiques à la zone de basse température dans le haut fourneau pour la fabrication d'acier. La méthode consiste en une mesure de la désagrégation des matériaux de charge du haut fourneau dans des conditions se rapprochant de celles existant dans la partie supérieure de la cuve du haut fourneau.

Les résultats de cet essai devraient être considérés en même temps que ceux d'autres essais de réduction,¹⁾ en particulier ceux conduits à hautes températures.

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode d'essai de désagrégation des minerais de fer en soumettant au tambour à la température ambiante un échantillon qui a été réduit dans un lit fixe à une température de 500 °C.

Cette méthode est applicable aux minerais de fer, qu'ils soient bruts naturels ou agglomérés, tels que les boulettes ou frittés.

2 Références

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

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

3 Principe

Réduction statique de la prise d'essai d'une tranche granulométrique spécifiée à la température de 500 °C par un gaz réducteur comportant CO, CO₂ et N₂.

Refroidissement de la prise d'essai après 1 h de réduction à une température en dessous de 100 °C et soumission au tambour en utilisant un petit tambour pour 300 tours au total. Tamisage

avec des tamis d'essai ayant une ouverture de maille carrée de 6,30 mm, 3,15 mm et 500 µm.

Calcul de l'indice de désagrégation après réduction (RDI), correspondant à une mesure quantitative du degré de désagrégation des minerais de fer qui ont été réduits et ensuite soumis au tambour: le pourcentage en masse du matériau supérieur à 6,30 mm, supérieur à 3,15 mm et inférieur à 500 µm est rapporté à la masse totale de la prise d'essai après réduction et avant soumission au tambour.

4 Conditions d'essai

Le volume et le débit des gaz utilisés dans la présente Norme internationale sont ceux mesurés à la température de 0 °C et à la pression atmosphérique (101,325 kPa)²⁾.

4.1 Composition du gaz de réduction

Le gaz de réduction doit avoir la composition suivante:

CO	20 ± 0,5 % (V/V);
CO ₂	20 ± 0,5 % (V/V);
N ₂	60 ± 0,5 % (V/V).

Les impuretés dans le gaz de réduction ne doivent pas dépasser

H ₂	0,02 % (V/V);
O ₂	0,1 % (V/V);
H ₂ O	0,2 % (V/V).

NOTE — Si la composition du gaz de réduction ci-dessus ne peut être obtenue, la composition alternative du gaz indiquée ci-après peut être utilisée:

CO	20 ± 0,5 % (V/V);
CO ₂	20 ± 0,5 % (V/V);
H ₂	2,0 ± 0,5 % (V/V);
N ₂	58 ± 0,5 % (V/V).

Des indices de désagrégation après réduction sensiblement différents peuvent toutefois être obtenus lorsque le gaz de réduction contient 2 % d'hydrogène au lieu de moins de 0,02 % d'hydrogène.

1) Des Normes internationales traitant de la réductibilité, de la réductibilité relative et de l'indice libre de gonflement relatif des minerais de fer sont en préparation.

2) 1 mm Hg ≈ 0,133 3 kPa, 1 atm = 0,101 325 MPa.

4.2 Débit du gaz de réduction

Le débit du gaz de réduction doit, pendant la période d'essai, être maintenu à 20 ± 1 l/min.

4.3 Température de l'essai

Le gaz de réduction doit être préchauffé avant son entrée dans la prise d'essai, afin de maintenir la prise d'essai à 500 ± 10 °C pendant la durée totale de l'essai.

5 Appareillage

L'appareillage doit consister en

- a) un système de fourniture et de régulation de gaz;
- b) un tube de réduction;
- c) un four électrique permettant de chauffer l'échantillon à la température spécifique;
- d) un tambour;
- e) des tamis de contrôle;
- f) un dispositif de pesée;

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

5.1 Tube de réduction, en un métal résistant au criquage et à une température supérieure à 600 °C. Le diamètre du lit d'échantillon doit être de 75 ± 1 mm.

La prise d'essai peut être placée sur une plaque perforée ou, si on le désire, sur des billes d'alumine sur une plaque perforée, afin d'assurer un débit de gaz uniforme à travers la prise d'essai.

La figure 2 montre un exemple de tube de réduction.

5.2 Four, ayant une capacité de chauffage suffisante pour maintenir la prise d'essai complète et les gaz entrant dans le lit à 500 °C et étant équipé avec un élément de chauffage convenable pour obtenir la température spécifiée.

5.3 Tambour, consistant en une cuve ayant un diamètre intérieur de 130 mm et une longueur intérieure de 200 mm.

Deux cornières en acier diamétralement opposées de 200 mm de long, de 20 mm de large et de 2 mm d'épaisseur doivent être montées longitudinalement à l'intérieur du tambour. Elles peuvent être montées sur un cadre pouvant être serti à l'intérieur de la cuve à une extrémité.

Une extrémité de la cuve doit être fermée et l'autre ouverte. Un couvercle fermant étroitement doit être monté du côté de l'ouverture pour assurer une obturation étanche à la poussière.

La figure 3 montre un exemple de tambour.

5.4 Tamis de contrôle, ayant des ouvertures de mailles carrées de dimensions nominales suivantes:

16,0 mm - 12,5 mm - 10,0 mm - 6,30 mm - 3,15 mm et 500 µm.

5.5 Dispositif de pesée, ayant une capacité de charge adéquate et une sensibilité de 0,1 g.

6 Préparation de l'échantillon d'essai

Dans le cas d'un essai commercial, l'échantillon pour essai doit être préparé conformément à l'ISO 3083, à partir de l'échantillon pour essai physique qui a été prélevé selon l'ISO 3081. L'échantillon pour essai doit être séché à l'étuve à 105 ± 5 °C pendant au moins 2 h et refroidi à température ambiante avant l'essai.

La masse totale de l'échantillon pour essai doit être approximativement de 2 kg, à sec. L'échantillon pour essai doit être préparé comme suit:

- a) Boulettes

L'échantillon pour essai dont la tranche granulométrique va de 10,0 mm à 12,5 mm, ou d'une autre granulométrie, suivant accord entre les parties concernées, doit être obtenu par tamisage; ensuite, seules les boulettes prélevées au hasard, par exemple au moyen d'un diviseur à lames, doivent être utilisées pour l'essai.

- b) Minerai ou aggloméré fritté

L'échantillon pour essai de dimension granulométrique comprise entre 10,0 et 12,5 mm doit être préparé comme suit:

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 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.

7 Mode opératoire

7.1 Nombre de déterminations

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

7.2 Prise d'essai

Peser à 0,1 g près, environ 500 g (± 1 particule) de l'échantillon pour essai. La prise d'essai devrait être obtenue à partir de l'échantillon pour essai, soit au moyen d'un diviseur à lames, soit par la méthode manuelle de division alternée.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4696:1984

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/debc5317-67c6-47b9-83db-42285811253/iso-4696-1984>

7.3 Réduction

Placer la prise d'essai (7.2) dans le tube de réduction (5.1) de manière que sa surface soit plane. Obturer le sommet du tube de réduction. Introduire ensuite le tube de réduction dans le four et, si on le désire, l'attacher au dispositif de pesée de sensibilité et de capacité appropriées en s'assurant qu'il n'y a pas contact avec le four et les éléments chauffants.

NOTE — L'utilisation d'un dispositif de pesée avec contrôle en continu est facultative.

Remplacer l'air dans le tube par un gaz inerte. Chauffer la prise d'essai et pendant le chauffage, faire passer un flux de gaz inerte à travers la prise d'essai à un débit approximativement de 20 l/min. Poursuivre le chauffage tout en continuant à faire passer le gaz inerte jusqu'à ce que la prise d'essai atteigne la température d'essai de 500 ± 10 °C.

NOTE — Sauf dans le cas où les caractéristiques du four et du thermocouple sont très bien connues, il convient de laisser la température s'équilibrer à 500 °C pendant environ 15 min.

ATTENTION — Le monoxyde de carbone et le gaz réducteur qui contient du monoxyde de carbone sont toxiques et donc dangereux. La réduction doit être effectuée 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 de réduction (4.1) à un débit de 20 ± 1 l/min pour remplacer le gaz inerte et réduire la prise d'essai. Continuer la réduction avec le gaz de réduction pendant 1 heure.

Après 1 h de réduction, arrêter le flux de gaz de réduction et refroidir la prise d'essai à une température inférieure à 100 °C dans le tube de réduction sous un flux de gaz inerte.

7.4 Opération dans le tambour

Enlever la prise d'essai soigneusement du tube de réduction. Déterminer la masse (masse m_0) et la placer dans le tambour (5.3). Fixer le couvercle pour fermer hermétiquement et mettre le tambour en rotation pour lui faire effectuer 300 tours au total à une vitesse de 30 ± 1 tour/min.

Enlever le matériau du tambour, déterminer la masse et tamiser à la main soigneusement sur des tamis de 6,30 mm, 3,15 mm et 500 µm. Déterminer et enregistrer la masse de chaque fraction du refus obtenu sur des tamis de 6,30 mm (masse m_1), 3,15 mm (masse m_2) et 500 µm (masse m_3). Le matériau perdu pendant l'opération au tambour et le tamisage doit être considéré comme étant inférieur à 500 µm.

NOTE — On peut utiliser un tamisage mécanique équivalent, à condition que des résultats d'essai préliminaires donnent des résultats semblables à ceux du tamisage à la main avec une tolérance admissible de 2 % absolu.

8 Expression des résultats

L'indice de désagrégation après réduction, RDI, en pourcentage en masse, est donné par les formules suivantes:

$$RDI_{+6,3} = \frac{m_1}{m_0} \times 100$$

$$RDI_{+3,15} = \frac{m_1 + m_2}{m_0} \times 100$$

$$RDI_{-0,5} = \frac{m_0 - (m_1 + m_2 + m_3)}{m_0} \times 100$$

où

m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai après réduction et avant l'opération au tambour;

m_1 est la masse, en grammes, du refus obtenu sur le tamis de 6,30 mm;

m_2 est la masse, en grammes, du refus obtenu sur le tamis de 3,15 mm;

m_3 est la masse, en grammes, du refus obtenu sur le tamis de 500 µm.

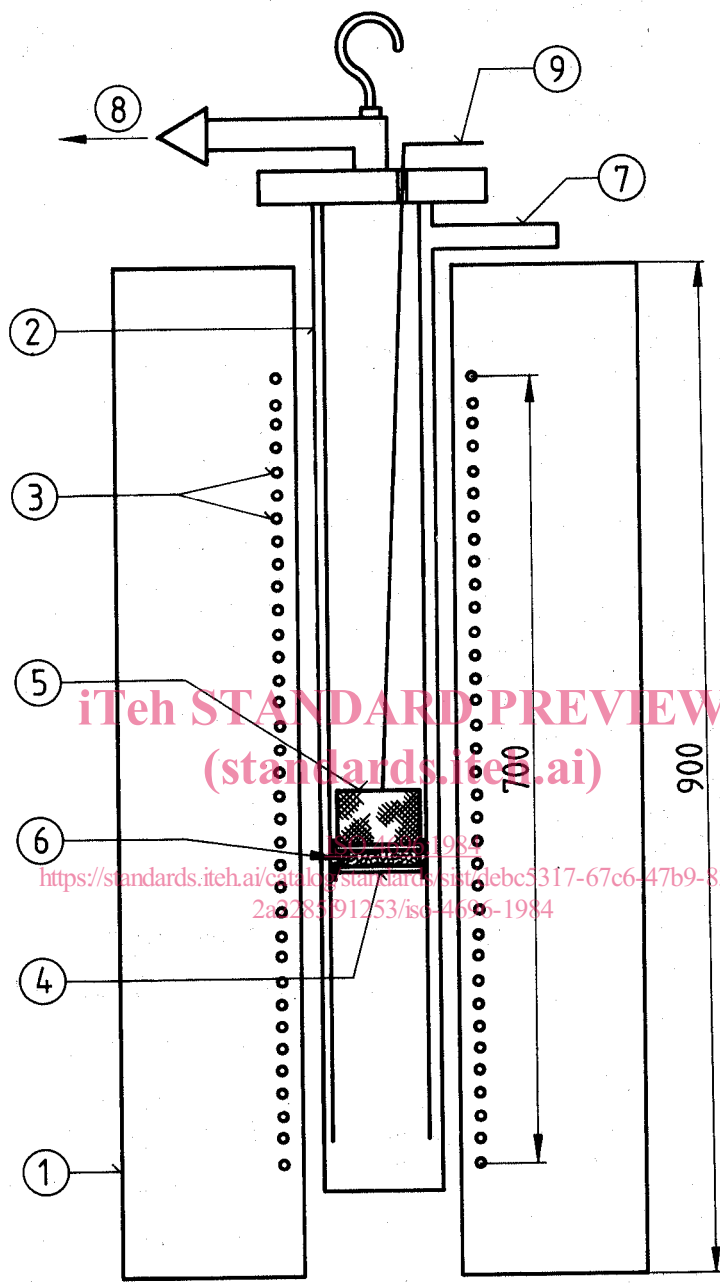
La répétabilité et le nombre des essais sont indiqués dans l'annexe.

9 Procès-verbal d'essai

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

- la référence à la présente Norme internationale;
- les résultats de l'essai: les indices de désagrégation après réduction exprimés avec une décimale;
- l'identification de l'échantillon;
- la composition du gaz de réduction employée;
- les conditions du tamisage, par exemple la méthode et la durée de tamisage;
- la masse totale du matériau introduite dans le tambour et celle retirée du tambour;
- toute opération et toute condition d'essai non spécifiée dans la présente Norme internationale ou considérée comme facultative et susceptible d'avoir eu une influence sur les résultats.

Dimensions en millimètres

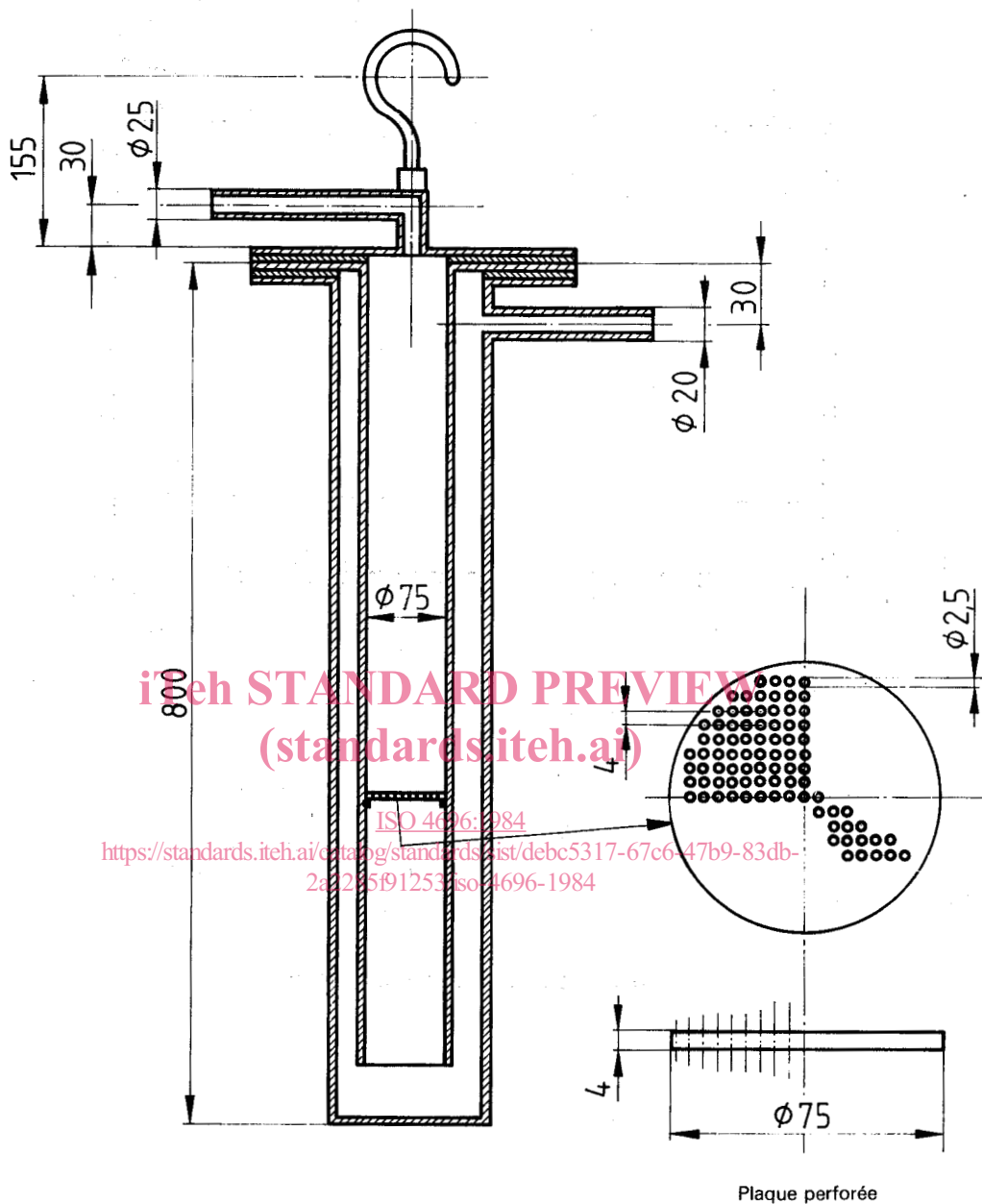


NOTE — Les dimensions sont données uniquement à titre indicatif

- | | | | |
|---|----------------------|---|----------------------------|
| ① | Four (10 kVA) | ⑥ | Couche de billes d'alumine |
| ② | Tube de réduction | ⑦ | Entrée de gaz |
| ③ | Élément de chauffage | ⑧ | Sortie de gaz |
| ④ | Plaque perforée | ⑨ | Thermocouple |
| ⑤ | Prise d'essai | | |

Figure 1 — Exemple d'appareillage d'essai — Disposition du tube de réduction (5.1) et du four (5.2).

Dimensions en millimètres

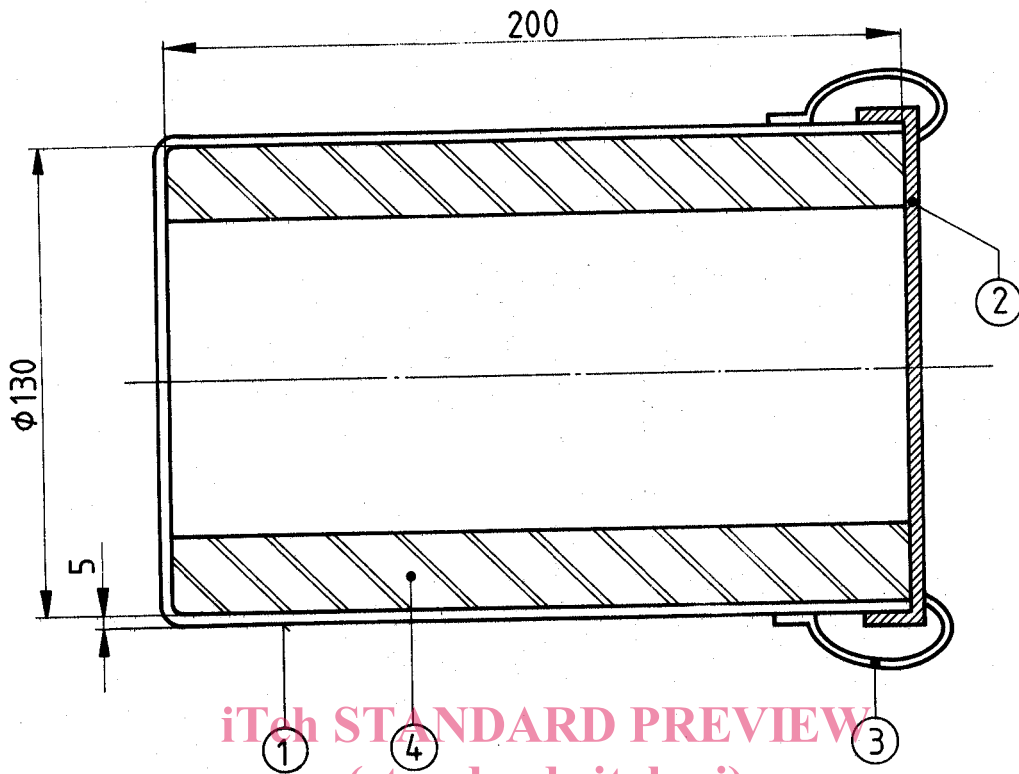


NOTE — Les dimensions non spécifiées dans le chapitre 5 sont données uniquement à titre indicatif.

- Diamètre de trou : 2,5 mm
- Distance entre 2 trous : 4 mm
- Nombre de trous : 241
- Surface totale des trous : 11,8 cm²
- Épaisseur de la plaque : 4 mm

Figure 2 — Exemple de tube de réduction (5.1)

Dimensions en millimètres



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

- | | |
|---|--|
| <ul style="list-style-type: none"> ① Cuve ② Couvercle ③ Crochets | <ul style="list-style-type: none"> ④ Cadre avec cornières <p style="text-align: center;">ISO 4696:1984</p> <p style="text-align: center;"> https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d58749-83/iso-4696-1984
 Cornières : largeur 20 mm, épaisseur 2 mm
 Matériau : acier ordinaire au carbone </p> |
|---|--|

Figure 3 — Exemple de tambour (5.3)

Annexe

Répétabilité et nombre d'essais

(Fait partie intégrante de la Norme internationale.)

Pour un couple de résultats, la valeur de l'étendue permettra de voir si des essais supplémentaires sont nécessaires en accord avec le tableau ci-après.

Valeur moyenne de l'indice % (m/m)	Étendue ($X_1 - X_2$)		
	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	—	—	—

Si l'étendue ($X_1 - X_2$) $\leq A$, calculer la moyenne des deux résultats.

Si l'étendue ($X_1 - X_2$) $> A$ mais $\leq B$, effectuer un troisième essai.

Si $X_{(\max)} - X_{(\min)} \leq B$, calculer la moyenne des trois résultats.

Si $X_{(\max)} - X_{(\min)} > B$, effectuer un quatrième essai.

Si $X_{(\max)} - X_{(\min)} \leq C$, calculer la moyenne des quatre résultats.

Si $X_{(\max)} - X_{(\min)} > C$, rejeter $X_{(\max)}$ et $X_{(\min)}$, puis calculer la moyenne des deux résultats restants.

Si l'étendue ($X_1 - X_2$) $> B$ mais $\leq C$, effectuer les essais en double.

Si $X_{(\max)} - X_{(\min)} \leq C$, calculer la moyenne des quatre résultats.

Si $X_{(\max)} - X_{(\min)} > C$, rejeter $X_{(\max)}$ et $X_{(\min)}$ puis calculer la moyenne des deux résultats restants.

Si l'étendue ($X_1 - X_2$) $> C$, effectuer les essais en double.

Rejeter $X_{(\max)}$ et $X_{(\min)}$, puis calculer la moyenne des deux résultats restants.

Les valeurs moyennes des indices doivent être arrondies à une décimale.

ISO 4696:1984

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d6c5317-67c6-47b9-83db-2a228591253/iso-4696-1984>