
Norme internationale



7215

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

Minerais de fer — Détermination de la réductibilité relative

Iron ores — Determination of relative reducibility

Première édition — 1985-08-15

CDU 553.31 : 543.7

Réf. n° : ISO 7215-1985 (F)

Descripteurs : minéral, minerai de fer, analyse chimique, détermination, réduction chimique.

Prix basé sur 8 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 créé à cet effet. 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. Les Normes internationales sont approuvées conformément aux procédures de l'ISO qui requièrent l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 7215 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 102, *Minerais de fer*.

Minerais de fer — Détermination de la réductibilité relative

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 traités dans des conditions spécifiques. Les conditions spécifiques impliquées dans ces essais 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 peuvent être considérés en liaison avec ceux d'autres essais, en particulier ceux indiquant le comportement physique des matériaux pendant la réduction.

L'annexe A, donnant l'origine mathématique des formules pour la réductibilité relative, et l'annexe B donnant une liste des Normes internationales relatives aux essais de réduction des minerais de fer, sont l'une et l'autre incluses pour information seulement.

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de détermination de la réductibilité en termes relatifs des minerais de fer naturels et traités.

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⁾

ISO 3310/1, *Tamis de contrôle — Exigences techniques et vérifications — Partie 1: Tamis de contrôle en tissus métalliques.*

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.)

3 Définitions

Dans le cadre de la présente Norme internationale, les définitions suivantes sont applicables.

3.1 réductibilité (réduction isotherme): Mesure de la facilité avec laquelle on peut enlever l'oxygène combiné au fer des minerais de fer naturels ou traités par un gaz réducteur.

3.2 réductibilité relative: Le degré final de réduction atteint après une période de temps imposée et avec d'autres conditions spécifiées.

4 Principe

Réduction isotherme, au moyen de monoxyde de carbone, de la prise d'essai, suspendue à une balance, dans un lit fixe à 900 °C pendant 3 h. Chauffage et refroidissement dans une atmosphère inerte.

Calcul du degré de la réduction à partir de la perte en masse et des teneurs en fer total et en fer(II) du matériau non réduit.

5 Gaz réducteur

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

5.1 Composition

Le gaz réducteur doit avoir la composition suivante:

CO 30 ± 1,0 % (V/V)

N₂ 70 ± 1,0 % (V/V).

5.2 Pureté

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

Matériel courant de laboratoire et

6.1 Tamis de contrôle, ayant des ouvertures de maille carrées de dimensions nominales de 10,0, 12,5, 16,0, 19,0 et 22,4 mm et conformes à l'ISO 3310/1.

6.2 Four de réduction chauffé électriquement, avec tube et son assemblage, un système de fourniture et de régulation de débit des gaz (voir figure 1), équipé d'une balance, permettant de lire la perte en oxygène de l'échantillon à n'importe quel moment de l'essai.

6.2.1 L'assemblage du tube (voir figure 2) doit consister en

- un tube de réduction fabriqué en un métal sans battiture, résistant à la chaleur et capable de supporter des températures supérieures à 910 °C et ayant un diamètre intérieur de 75 ± 1 mm;
- un dispositif pour raccorder le tube de réduction au dispositif de pesée;
- une plaque perforée montée à l'intérieur du tube de réduction pour supporter la prise d'essai; la plaque doit avoir une épaisseur de 4 mm; les trous doivent avoir un diamètre de 2 à 3 mm et les espaces entre les trous doivent être de 4 à 5 mm;
- un milieu d'échange de chaleur, par exemple, des billes d'alumine placées au fond du tube de réduction sous la plaque perforée, sur une hauteur de 100 mm, pour préchauffer le gaz.

6.2.2 Le four doit avoir une capacité de chauffage suffisante pour maintenir la prise d'essai complète et les gaz entrant dans le lit à 900 ± 10 °C.

6.2.3 Le dispositif de pesée doit être capable de peser l'assemblage du tube de réduction, y compris la prise d'essai, avec une sensibilité de 0,5 g. Le dispositif de pesée doit être contrôlé à intervalles réguliers en ce qui concerne la précision et la sensibilité.

7 Échantillonnage et échantillons

7.1 Échantillon pour essai de réductibilité relative

L'échantillon pour essai doit être préparé conformément à l'ISO 3082¹⁾ ou l'ISO 3083¹⁾ à partir de l'échantillon pour essai

physique qui a été prélevé selon l'ISO 3081¹⁾ ou l'ISO 3082. Une quantité suffisante de l'échantillon doit être préparée pour fournir au moins cinq prises d'essais de 500 g.

L'échantillon pour essai doit être séché à l'étuve à 105 ± 5 °C pendant au moins 2 h, refroidi dans un dessiccateur à température ambiante et tamisé pour obtenir un matériau dans la tranche granulométrique désirée pour l'essai.

La tranche granulométrique pour les boulettes doit être comprise entre 10,0 et 12,5 mm. Néanmoins, la prise d'essai peut être plus représentative de la livraison en sélectionnant une tranche granulométrique plus appropriée par accord entre les parties concernées, mais dans de tels cas, la tolérance admissible donnée en 10.2.2 n'est pas applicable.

La tranche granulométrique pour les agglomérés et les minerais doit être comprise entre 19,0 et 22,4 mm. Du fait de l'hétérogénéité propre de certains minerais et agglomérés, la tranche granulométrique allant de 10,0 à 12,5 mm peut être utilisée par accord entre les parties concernées mais, dans de tels cas, la tolérance admissible donnée en 10.2.2 n'est pas applicable.

L'échantillon pour essai de tranche 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 16,0 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.

Après le tamisage, le matériau pour essai doit être conservé dans un dessiccateur jusqu'à l'essai et seules des particules prélevées au hasard doivent être utilisées pour constituer une prise d'essai.

7.2 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 doit, pendant la période d'essai, être maintenu à $15 \pm 0,5$ l/min.

8.2 Température de l'essai

Le gaz réducteur doit être préchauffé avant son entrée dans la prise d'essai afin de maintenir la prise d'essai à 900 ± 10 °C pendant toute la durée de l'essai.

9 Mode opératoire

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

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

1) Actuellement, ces Normes internationales ne donnent aucune spécification applicable à la présente Norme internationale.

9.1 Prise d'essai

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

9.2 Réduction

Placer la prise d'essai dans le tube de réduction de manière que la surface soit plane.

Fermer le tube de réduction. Introduire le tube de réduction dans le four et le suspendre au centre du dispositif de pesée 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 5 l/min et commencer le chauffage. Lorsque la température de la prise d'essai approche 900 °C, augmenter le débit de gaz à 15 l/min et poursuivre le chauffage à 900 °C pendant 30 min. Enregistrer la masse de la prise d'essai (masse m_1). Introduire le gaz de réduction pour remplacer le gaz inerte à un débit de 15 l/min.

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, et des précautions conformes aux règles de sécurité de chaque pays doivent être prises pour assurer la sécurité de l'opérateur.

À la fin des 3 h de réduction, déterminer la masse de la prise d'essai (masse m_2) et couper le courant. Puis, pour des raisons de sécurité, introduire à nouveau du gaz inerte à un débit de 5 l/min pour remplacer le gaz de réduction dans le tube. Maintenir le débit de gaz inerte jusqu'à ce que la prise d'essai soit refroidie au-dessous de 100 °C.

NOTES

- 1 Si des courbes de réduction en fonction du temps sont demandées, enregistrer la masse de la prise d'essai toutes les 10 min pendant la première heure et toutes les 15 min durant les deux dernières heures.
- 2 Dans le cas de minerais en gros morceaux, la température de la prise d'essai devrait être élevée à 900 °C pendant plus de 60 min pour réduire la décrépitation de ce type de minerai.
- 3 Si les essais physiques, tels que la résistance à l'écrasement, sont réalisés sur la prise d'essai réduite, le débit de gaz inerte après la réduction devrait être maintenu jusqu'à ce que la prise d'essai atteigne la température ambiante.

10 Expression des résultats

10.1 Calcul du degré de réduction

Le degré de réduction atteint après 3 h (considéré comme le degré final de réduction), R_f , exprimé en pourcentage, est donné par l'équation 1)

$$R_f = \left[\frac{m_1 - m_2}{m_0 (0,430 w_2 - 0,111 w_1)} \right] \times 10^4$$

1) L'origine de l'équation est donnée dans l'annexe A.

où

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

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

m_2 est la masse, en grammes, de la prise d'essai après 3 h de réduction;

w_1 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;

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

Indiquer le degré final de réduction à la première décimale.

10.2 Nombre d'essais et tolérance admissible

10.2.1 Nombre d'essais

L'essai de réduction doit être effectué en double. Si la différence entre les résultats appariés pour R_f concorde avec la tolérance admissible donnée en 10.2.2, l'essai est terminé; sinon, un autre essai en double doit être effectué.

10.2.2 Tolérance admissible

Pour une paire de résultats, la différence entre les deux résultats individuels doit être inférieure à 3 % absolus pour les boulettes et inférieure à 5 % absolus pour les frittés.

NOTE — Une tolérance admissible pour les minerais en gros morceaux n'est pas spécifiée, du fait de l'hétérogénéité propre qui varie selon les différents minerais. Pour un minerai particulier, une tolérance admissible peut être déterminée par les parties concernées.

10.3 Calcul du résultat final

Le degré final de réduction, R_f , exprimé en pourcentage, doit être reporté comme moyenne arithmétique de tous les résultats d'essais, arrondie à un nombre entier.

11 Procès-verbal d'essai

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

- a) la référence à la présente Norme internationale;
- b) la description de l'échantillon pour essai;
- c) le degré final de réduction, R_f ;
- d) la teneur en fer total et la teneur en fer(II) de l'échantillon pour essai.

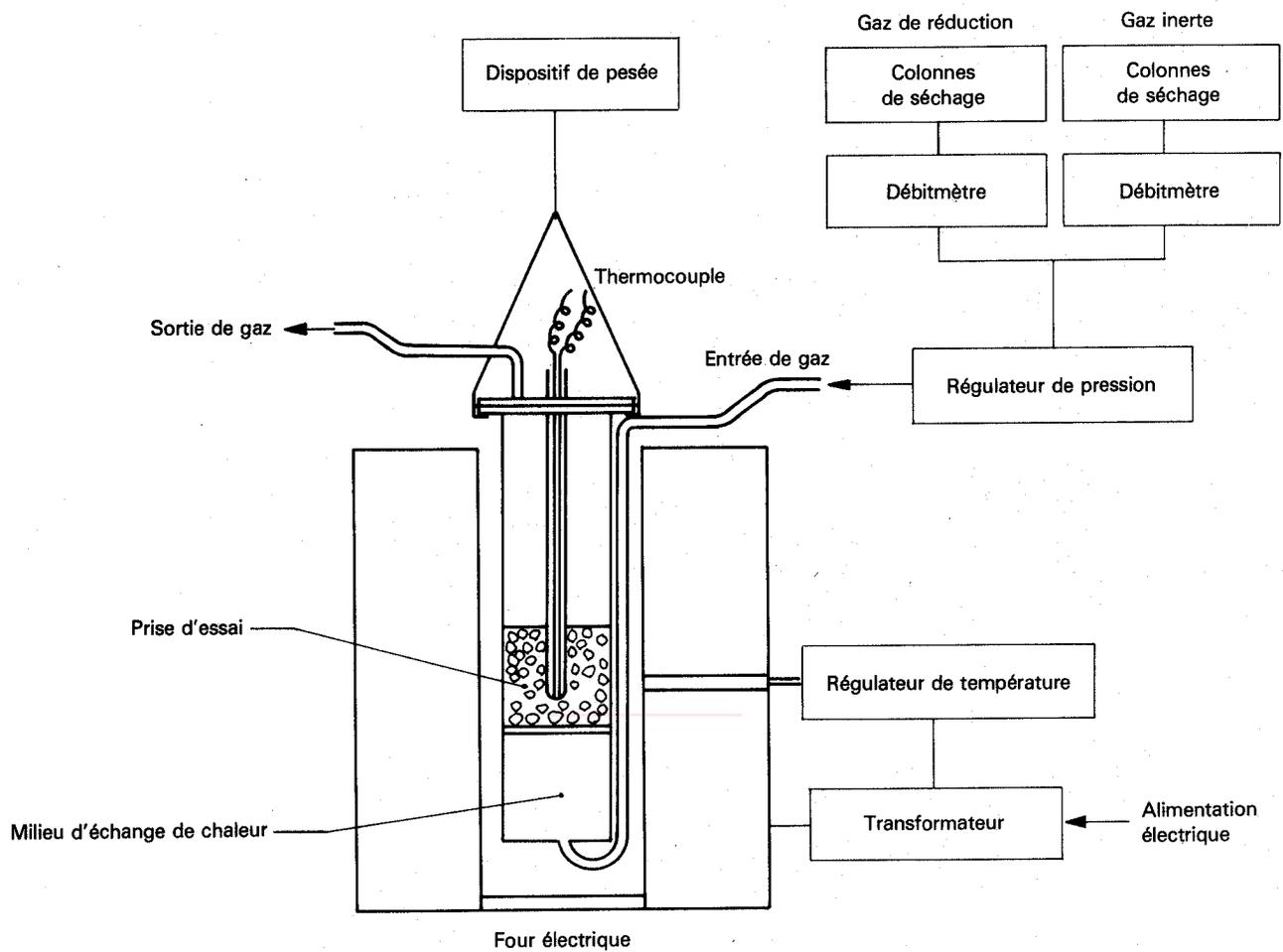
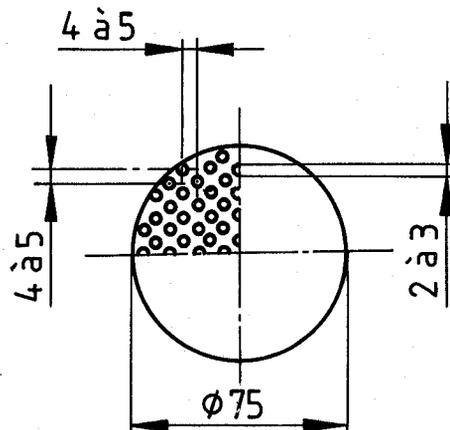


Figure 1 — Diagramme schématique du matériel d'essai de réduction

Dimensions en millimètres

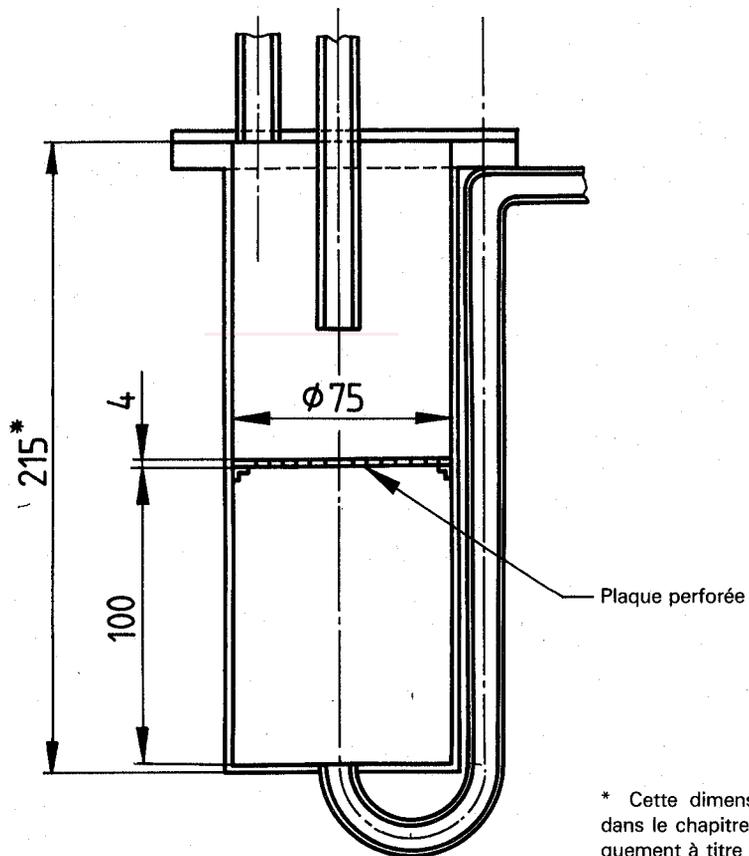


Plaque perforée

Diamètre du trou : 2 à 3 mm

Espace entre les trous : 4 à 5 mm

Épaisseur de la plaque : 4 mm



* Cette dimension non spécifiée dans le chapitre 6 est donnée uniquement à titre indicatif.

Figure 2 — Diagramme schématique de l'assemblage du tube de réduction

Annexe A

Origine de l'équation pour le degré final de réduction

(Cette annexe, donnée uniquement à titre d'information, ne fait pas partie intégrante de la norme.)

A.1 Équation de base

La formule donnée pour R_f en 10.1 est dérivée de l'équation de base suivante :

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

où

Δm_f est la perte de masse, en grammes, d'oxygène pendant 3 h de réduction;

m_3 est la masse, en grammes, de l'oxygène total combinée au fer avant la réduction.

A.2 Origine de la formule pratique

Les oxydes de fer contenus dans l'échantillon sont considérés comme étant de l'hématite (Fe_2O_3), de la magnétite ($\text{FeO} \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3$) et de l'oxyde de fer(II) (FeO). La masse de l'oxygène total, m_3 , dans l'équation (1) peut être obtenue à partir des masses de Fe_2O_3 et FeO de l'échantillon pour essai avant la réduction. Par conséquent, la masse m_3 est donnée par l'équation (2), après que la teneur en fer total, w_2 , et la teneur en oxyde de fer(II), w_1 , de l'échantillon pour analyse aient été déterminées, conformément aux Normes internationales correspondantes.

$$\begin{aligned} m_3 &= m_4 + m_5 \\ &= m_0 \left(w_3 \frac{3 A_O}{2 A_{Fe}} + w_1 \frac{A_O}{M} \right) \quad \dots (2) \end{aligned}$$

où

m_4 est la masse, en grammes, de l'oxygène dans Fe_2O_3 ;

m_5 est la masse, en grammes, de l'oxygène dans FeO ;

m_0 et w_1 ont la même signification qu'en 10.1;

w_3 est la teneur en fer, exprimée en pourcentage en masse, dans Fe_2O_3 ;

A_O est la masse atomique relative de l'oxygène, 16,00;

A_{Fe} est la masse atomique relative du fer, 55,85;

M est la masse moléculaire relative de l'oxyde de fer(II), 71,85;

En remarquant que

$$\Delta m_f = m_1 - m_2$$

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

où m_1 , m_2 , w_1 et w_2 ont la même signification qu'en 10.1, et en substituant m_3 de l'équation (2) dans l'équation (1), le degré final de réduction, R_f , exprimé en pourcentage, est donné par l'équation

$$\begin{aligned}
 R_f &= \frac{(m_1 - m_2) \times 100}{m_0 \left[\left(w_2 - \frac{A_{Fe}}{M} w_1 \right) \frac{3 A_O}{2 A_{Fe}} + \frac{A_O}{M} w_1 \right] \times \frac{1}{100}} \\
 &= \left\{ \frac{m_1 - m_2}{m_0 \left[\left(w_2 - \frac{55,85}{71,85} w_1 \right) \frac{48,00}{111,70} + \frac{16,00}{71,85} w_1 \right]} \right\} \times 10^4 \\
 &= \left[\frac{m_1 - m_2}{m_0 (0,430 w_2 - 0,111 w_1)} \right] \times 10^4
 \end{aligned}$$

Annexe B

Normes internationales relatives aux essais de réduction des minerais de fer

(Cette annexe, donnée uniquement à titre d'information, ne fait pas partie intégrante de la norme.)

ISO 4695, *Minerais de fer — Détermination de la réductibilité.*

ISO 4696, *Minerais de fer — Essai de désagrégation à basse température — Méthode au tambour à froid après réduction statique.*

La détermination de l'indice relatif de gonflement libre des boulettes de minerais de fer fera l'objet d'une future Norme internationale.