NORME INTERNATIONALE

ISO 4695

Deuxième édition
1995-11-15

Minerais de fer — Détermination de la réductibilité

iTeh STANDARD PREVIEW

Iron ores — Determination of reducibility

(standards.iteh.ai)

ISO 4695:1995
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fc3161da-0ca9-4279-abc5-b3b4ab73093a/iso-4695-1995

Numéro de référence
ISO 4695:1995(F)

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 en général 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. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

La Norme internationale ISO 4695 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 102, *Minerais de fer*, sous-comité SC 3, *Essais physiques*.

ISO 4695:1995
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fe5f6f9da-0ca9-4279-abc5-03b4ab73093a/iso-4695-1995

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 4695:1984), dont les articles 3, 5, 6, 7, 9 et 10 ont fait l'objet d'une révision technique.

Les annexes A et B de la présente Norme internationale sont données uniquement à titre d'information.

© ISO 1995
Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

Organisation internationale de normalisation
Case Postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse

Imprimé en Suisse

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 cet essai sont: la réduction isotherme, la réduction dans un lit fixe, la réduction au moyen de monoxyde de carbone, 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'origine mathématique des formules pour la réductibilité est incluse pour information seulement dans l'annexe A.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 4695:1995
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fc3161da-0ca9-4279-abc5-b3b4ab73093a/iso-4695-1995

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4695:1995
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fc3161da-0ca9-4279-abc5-b3b4ab73093a/iso-4695-1995

Minerais de fer — Détermination de la réductibilité

1 Domaine d'application

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

2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 2597-1:1994, *Minerais de fer — Dosage du fer total — Partie 1: Méthode titrimétrique après réduction au chlorure d'étain(II).*

ISO 3310-1:1990, *Tamis de contrôle — Exigences techniques et vérifications — Partie 1: Tamis de contrôle en tissus métalliques.*

ISO 3310-2:1990, *Tamis de contrôle — Exigences techniques et vérifications — Partie 2: Tamis de contrôle en tôles métalliques perforées.*

ISO 9035:1989, *Minerais de fer — Détermination de la teneur en fer(II) soluble dans l'acide — Méthode titrimétrique.*

ISO 9507:1990, *Minerais de fer — Dosage du fer total — Méthodes par réduction au chlorure de titane(III).*

ISO 9508:1990, *Minerais de fer — Dosage du fer total — Méthode titrimétrique par réduction à l'argent.*

ISO 10836:1994, *Minerais de fer — Méthode d'échantillonnage et préparation des échantillons pour les essais physiques.*

3 Définition

Pour les besoins de la présente Norme internationale, la définition suivante s'applique.

3.1 réductibilité: Capacité à éliminer plus ou moins facilement l'oxygène combiné au fer des minerais naturels ou traités. [ISO 11323]

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 4695:1995
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fc3161da-0ca9-4279-abc5-b3b4eb73093a/iso-4695-1995

4 Principe

Réduction isotherme de la prise d'essai d'une tranche granulométrique spécifiée dans un lit fixe, à 950 °C, par un gaz réducteur composé de monoxyde de carbone CO et d'azote N_2.

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 à une proportion oxygène/fer de 0,9.

5 Gaz réducteur

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

5.1 Composition

La gaz réducteur doit avoir la composition suivante:

CO	40 % (*V/V*) ± 0,5 % (*V/V*)
N_2	60 % (*V/V*) ± 0,5 % (*V/V*)

5.2 Pureté

Les impuretés dans le gaz réducteur ne doivent pas dépasser pour

H_2	0,2 % (*V/V*)
CO_2	0,2 % (*V/V*)
O_2	0,1 % (*V/V*)
H_2O	0,2 % (*V/V*)

Les impuretés dans le gaz de chauffage (N_2) ne doivent pas dépasser 0,1 % (*V/V*).

6 Appareillage

6.1 Généralités

L'appareillage doit consister en

a) un système de fourniture et de régulation de débit des gaz;

b) un tube de réduction;

c) un dispositif de pesée pour déterminer la perte en oxygène à intervalles réguliers;

d) une connexion sans frottement entre le système de fourniture de gaz et le tube de réduction, permettant d'assurer la linéarité de la détermination de la perte de poids;

e) un four électrique permettant de chauffer la prise d'essai à la température spécifiée;

f) des tamis de contrôle.

La figure 1 montre un exemple du montage général de l'appareillage.

La figure 2 montre un exemple de tube de réduction et de four.

6.2 Tube de réduction, fabriqué en un métal ne produisant pas de crique et résistant 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 tube de réduction doit être de 75 mm ± 1 mm.

La figure 3 montre un exemple de tube de réduction.

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

6.4 Dispositif de pesée, capable de peser la charge avec une précision de 1 g. La sensibilité du dispositif de pesée doit être vérifiée à intervalles réguliers.

6.5 Tamis de contrôle, se conformant aux spécifications de tamis de contrôle normalisés, et ayant des ouvertures de maille carrées de dimensions nominales suivantes et conformes à l'ISO 3310-1 ou à l'ISO 3310-2:

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

7 Préparation de l'échantillon pour essai

7.1 Généralités

Pour les besoins d'un essai commercial, l'échantillon pour essai doit être préparé conformément à l'ISO 10836. L'échantillon pour essai doit être séché à l'étuve à 105 °C ± 5 °C jusqu'à masse constante, puis refroidi à température ambiante avant l'essai. Une quantité d'échantillon pour essai suffisante pour fournir au moins cinq prises d'essai de 500 g doit être préparée.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 4695:1995
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fe5167da-0ca9-4279-a0e5-b3b4ab73093a/iso-4695-1995

7.2 Échantillon pour essai de réductibilité

L'échantillon brut prélevé pour essai est divisé plusieurs fois, en extrayant des masses pour l'échantillon de réserve, pour l'échantillon d'essai au tambour, etc., jusqu'à obtention d'une masse dépassant juste le minimum requis pour la préparation de l'échantillon pour essai de réductibilité.

7.2.1 Boulettes

La division de l'échantillon brut au moyen d'un diviseur doit être effectuée jusqu'à ce que la masse retenue dépasse 30 kg. Cet échantillon doit être passé au travers des tamis de 12,5 mm et 10,0 mm d'ouvertures de maille, en rejetant les fractions supérieures à 12,5 mm et inférieures à 10,0 mm, et en gardant la fraction de granulométrie comprise entre 10,0 mm et 12,5 mm. Un minimum de 2,5 kg doit être utilisé pour l'échantillon pour essai de réductibilité. À partir de l'échantillon pour essai, quatre prises d'essai et un échantillon pour analyse chimique, de 0,5 kg chacun, doivent être obtenus.

7.2.2 Minerais et frittés

Un échantillon pour essai de la classe granulométrique comprise entre 10,0 mm et 12,5 mm et d'une masse égale à 30 kg doit être préparé, d'abord par tamisage sur un tamis à 12,5 mm, puis en concassant soigneusement le refus à 12,5 mm jusqu'à ce qu'il

passe entièrement à travers le tamis de 16,0 mm d'ouverture de maille. Rassembler toutes les fractions et retirer de l'échantillon par tamisage le matériau supérieur à 12,5 mm et inférieur à 10,0 mm. À partir de l'échantillon pour essai, quatre prises d'essai et un échantillon pour analyse chimique, de 0,5 kg chacun, doivent être obtenus.

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 (article 5) doit être maintenu à 50 l/min ± 0,5 l/min pendant la période d'essai.

8.2 Température de l'essai

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

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

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 4695:1995
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e31e1da-0ea9-4279-abe5-b3b4ab73093a/iso-4695-1995

9 Mode opératoire

9.1 Nombre de déterminations

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

9.2 Autres déterminations

Simultanément à l'essai, déterminer la teneur en fer total conformément à l'ISO 2597, l'ISO 9507 ou l'ISO 9508, et la teneur en fer(II) conformément à l'ISO 9035.

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 (6.2) de manière que la surface soit plane. Afin d'atteindre un débit de gaz plus uniforme, un lit de deux couches de billes en porcelaine, d'une tranche granulométrique comprise entre 10 mm et 12,5 mm, peut être placé entre le plaque perforée et la prise d'essai. Placer le thermocouple au centre de l'échantillon pour essai.

Fermer l'extrémité supérieure du tube de réduction. Introduire le tube de réduction dans le four (6.3) et le suspendre au centre du dispositif de pesée (6.4) en s'assurant qu'il n'y a pas contact avec le four ou les éléments chauffants. Connecter le système de fourniture de gaz.

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

AVERTISSEMENT — 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 un endroit bien ventilé 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 pour remplacer l'azote à un débit de 50 l/min. 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 1 Si on le désire, la prise d'essai peut alors être refroidie sous un flux d'azote pour permettre l'examen de l'échantillon.

10 Expression des résultats

10.1 Calcul du degré de réduction

Le degré de réduction après le temps t, R_t, exprimé en pourcentage par rapport à l'état de fer(III), est donné par l'équation[1]:

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

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 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[2] 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[3];

w_2[2] est la teneur en fer total, en pourcentage en masse, de l'échantillon pour essai avant l'essai, déterminée conformément à l'ISO 2597, l'ISO 9507 ou l'ISO 9508.

Tracer une courbe de réduction en portant le degré de réduction R_t en fonction du temps t.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

10.2 Calcul de l'indice de réductibilité

À partir de la courbe de réduction, lire le temps, en minutes, pour atteindre des degrés de réduction de 30 % et 60 %.

ISO 4695:1995
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fe3161de-0ea9-4278-a4e5-b3b4ab73093a/iso-4695-1995

Calculer l'indice de réductibilité, exprimé en vitesse de réduction à un rapport atomique de O/Fe de 0,9[4], en pourcentage par minute, à l'aide de l'équation

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

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 une constante.

Exprimer le résultat avec une décimale.

NOTE 2 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 l'équation

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

où

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

K est une constante dépendant de y.

Si $y = 50$ %, la valeur de K est 20,2; si $y = 55$ %, la valeur de K est de 26,5.

10.3 Tolérance admissible et acceptation des résultats

10.3.1 Boulettes

Pour une paire de résultats, les deux résultats individuels doivent se situer dans l'intervalle de ± 3,5 % de la valeur moyenne de la paire de résultats.

10.3.2 Minerais et frittés

Pour une paire de résultats, les deux résultats individuels doivent se situer dans l'intervalle de ± 0,085 % pour les frittés et ± 0,05 % pour les minerais.

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 pris doit être égal à la moyenne arithmétique des quatre résultats arrondie au 0,01 %/min le plus proche.

2) Dans le cas d'un essai commercial, il serait préférable d'adopter w_1 et w_2 obtenus pour une livraison et non pas pour la prise d'essai de 500 g (7.3).

3) Le facteur de conversion du fer(II) en oxyde de fer(II) est FeO/Fe(II) = 1,286.

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

11 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les informations suivantes:

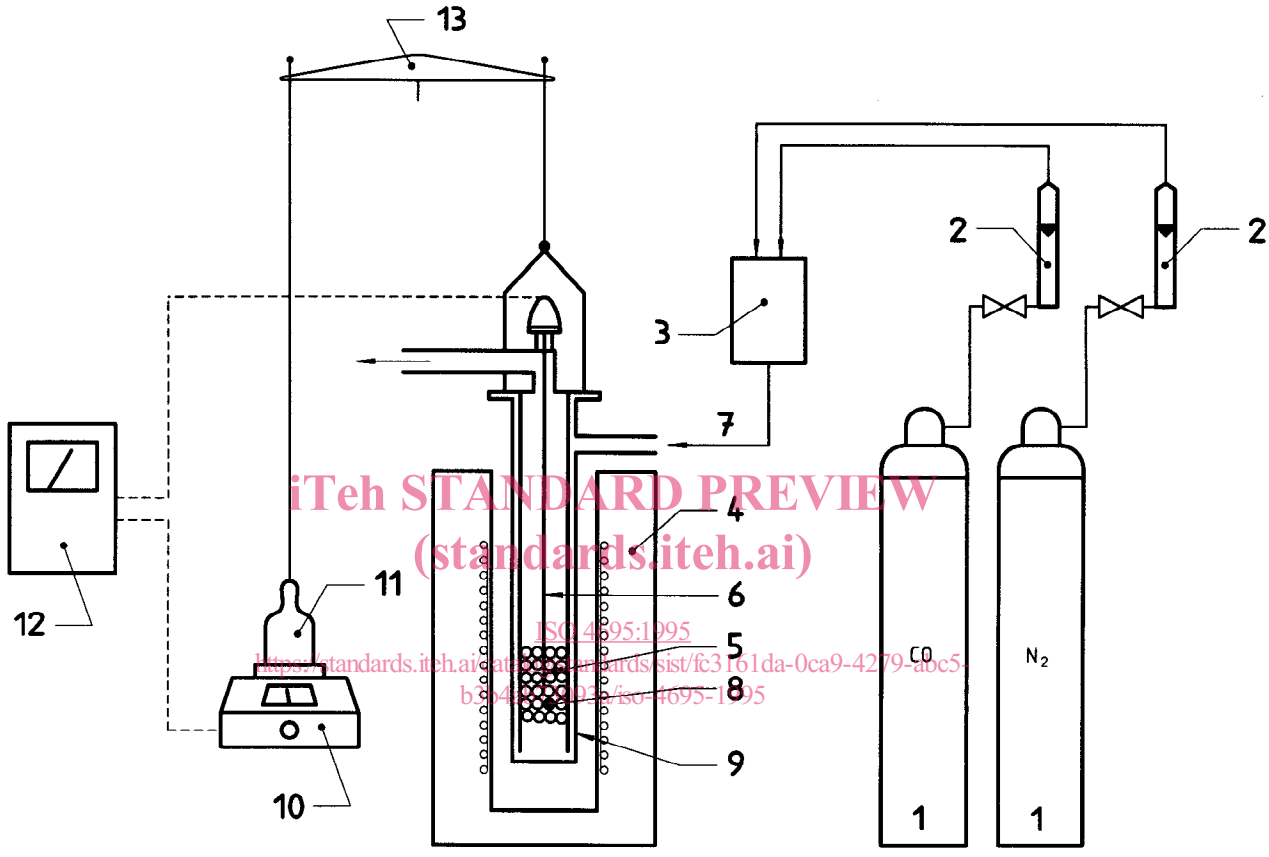
a) la référence à la présente Norme internationale;

b) la description de l'échantillon pour essai;

c) l'indice de réductibilité;

d) la teneur en fer total et la teneur en fer(II) de l'échantillon avant la réduction;

e) la perte en masse par rapport au temps, si spécifié lors de la commande.



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 4695:1995
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fc31f61da-0ca9-4279-abc5-b9...

Légende

1 Bouteilles de gaz munies de manomètre et de robinet de réduction
2 Débitmètres pour le gaz
3 Récipient de mélange
4 Étuve électrique
5 Prise d'essai
6 Thermocouple
7 Entrée de gaz
8 Couche de billes de porcelaine
9 Chambre double paroi avec plaque perforée comme porte-échantillon
10 Balance numérique
11 Charge
12 Traceur enregistrant la température et la perte de masse
13 Faisceau

Figure 1 — Exemple de montage général pour la détermination de la réductibilité