



中华人民共和国国家标准

GB/T 13242—2017
代替 GB/T 13242-1991

铁矿石 低温粉化试验 静态还原后 使用冷转鼓的方法

Iron ores—Low-temperature disintegration test-

Method using cold tumbling after static reduction

2017 - 09 - 07 发布

2018 - 06 - 01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

目 录

前言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 基本原理	1
4 实验条件	2
4.1 还原气体条件	2
4.2 还原气体成分	2
4.3 还原气体纯度	2
4.4 还原气体流量	2
4.5 试验温度	2
5 实验设备	2
5.1 气体的净化、配置系统	2
5.2 单壁还原管	3
5.3 还原炉	4
5.4 温度控制装置	4
5.4.1 控温仪	4
5.4.2 三点式监控热电偶	4
5.5 低温粉化转鼓	4
5.6 辅助设备	5
6 试样准备	5
6.1 概述	5
6.2 球团矿试料制备	5
6.3 天然铁矿和烧结矿试料制备	6
7 实验步骤	6
7.1 测定次数	6
7.2 试料量	6
7.3 还原程序	6
7.4 转鼓实验	6
8 结果计算	7
8.1 计算公式	7
8.2 重复性和试验次数	7
9 实验报告	9
附录 A 一氧化碳发生炉（资料性附录）	10

前 言

本标准按照 GB/T 1.1-2009 给出的规则起草。

本标准替代 GB/T 13242-1991，本标准与 GB/T 13242-1991 相比主要变化如下：

- 增加了前言部分；
- 标准格式进行了修改，结构做了调整；
- 根据我国的气体标准及企业的实际情况，对气体纯度做了重新规定；
- 从安全和气体控制精度上考虑，明确试验设备必须使用质量流量控制器控制气体流量，并提高了气体的控制精度；
- 为了提高试验的精确度，对恒温区做了更加严格和规范的要求。

本标准由中国钢铁工业协会提出。

本标准由全国铁矿石与直接还原铁标准化技术委员会（SAC/TC317）归口。

本标准起草单位：鞍山市科翔仪器仪表有限公司、鞍钢股份有限公司。

本标准主要起草人：张大鹏、周明顺、李艾君、杨迪光、闻永辉、张靖熙、杨志立。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 13242-1991。

铁矿石低温粉化试验静态还原后 使用冷转鼓的方法

警告：本标准的使用可能涉及到某些危险的材料、操作和设备，但并未对与此有关的所有安全问题都提出建议。用户在使用本标准之前有责任采用适当的安全和保护措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本标准规定了铁矿石（包括天然铁矿石、烧结矿、球团矿，以下简称铁矿石）低温粉化试验的基本原理、试验条件、试验设备、试样制备、试验程序和试验结果评定等。所规定的试验方法的特点是：在固定床中，用 CO、CO₂ 和 N₂ 的混合气体进行等温还原后，在室温下用转鼓进行粉化试验；试样具有一定的粒度范围。

本标准适用于以还原粉化指数表示的铁矿石的还原粉化性能测定。

本标准的试验结果应与其它试验，特别是那些表示铁矿石在还原时的其他冶金性能的试验结果联系起来考虑。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是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。

GB/T 6003.1	试验筛 技术要求和检验 第1部分：金属丝编织网试验筛
GB/T 6003.2	试验筛 技术要求和检验 第2部分：金属穿孔板试验筛
GB/T 6005	试验筛 金属丝编织网、穿孔板和电成型薄板 筛孔的基本尺寸
GB/T 8170	数值修约规则与极限数值的表示和判定
GB/T 10132.1	铁矿石（烧结矿、球团矿）物理试验用试样的制取及制备方法
GB/T 20565	铁矿石和直接还原铁术语

3 定义

还原粉化指数 RDI (the reduction disintegration index) 表示还原后的铁矿石通过转鼓试验后

的粉化程度。分别用转鼓试验后筛分得到的大于 6.30 mm、大于 3.15 mm 和小于 500 μ m 的物料质量与还原后和转鼓前试样总质量之比的百分数表示。并分别用 RDI+6.3, RDI+3.15 和 RDI-0.5 三个代号加以表达。

4 基本原理

取 500g 粒度为 10.0mm~12.5mm 的试料, 在固定床中, 在 500 $^{\circ}$ C 温度下, 用 CO₂、CO、N₂ 组成的还原气体进行静态还原。

还原 1h 后, 将试样冷却到 100 $^{\circ}$ C 以下, 用低温粉化转鼓转 300r, 然后用孔宽为 6.30 mm, 3.15 mm 和 500 μ m 的方孔筛进行筛分。

用还原粉化指数表示铁矿石的粉化程度。

5 试验条件

5.1 还原气体条件

本标准所用的气体体积和流量采用标准状态下 (0 $^{\circ}$ C 和一个大气压) 的体积和流量。

5.2 还原气体成分

CO 20% \pm 0.5% (体积分数)

CO₂ 20% \pm 0.5% (体积分数)

N₂ 60% \pm 0.5% (体积分数)

5.3 还原气体纯度

CO 99.9% (体积分数);

CO₂ 99.7% (体积分数), 脱水, 脱氧;

N₂ 99.99% (体积分数)。

5.4 还原气体流量

整个试验期间, 还原气体的标态流量为 15L/min \pm 0.5L/min。

5.5 试验温度

试样在 500 $^{\circ}$ C 的温度条件下还原, 在整个试验期间保持 500 $^{\circ}$ C \pm 5 $^{\circ}$ C。

6 试验设备

6.1 气体的净化、配置系统:

a) N₂ 质量流量控制器: 量程 20L/min, 精度不低于 \pm 1.5%F.S。

b) CO₂质量流量控制器：量程 3L/min，精度不低于±1.5%F.S。

c) CO质量流量控制器：量程 3L/min，精度不低于±1.5%F.S。

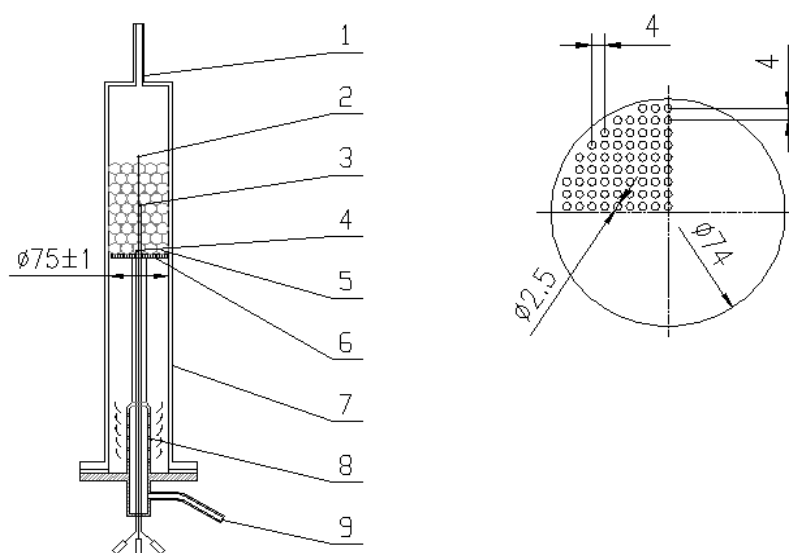
d) 洗气+配气室容积：≤5L。（使用 CO 发生炉发生 CO 时，CO 的净化系统除外。）

注：质量流量计每年至少校准一次。

在没有瓶装 CO 的地区，可以使用附录 B 中的 CO 发生炉及净化系统制造 CO 气体。

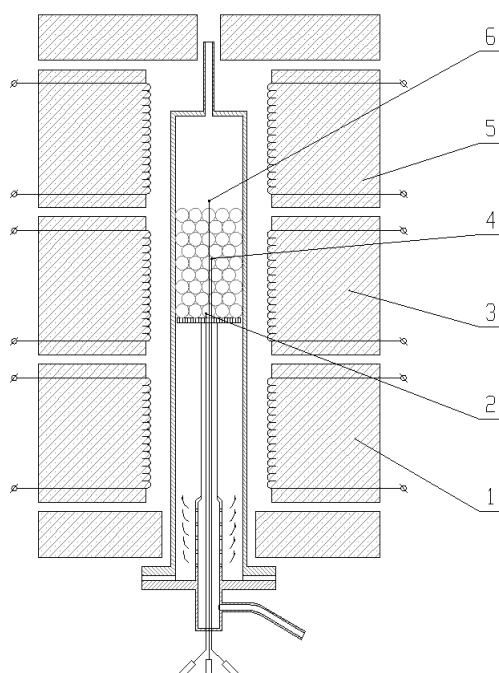
6.2 还原管（图 1）

反应管内径 $\phi 75 \text{ mm} \pm 1 \text{ mm}$ ，由耐热不起皮金属制成，能耐 500℃ 以上的温度。



1-气体出口 2-上部控温点 3 中部控温点 4-下部控温点 5-铁矿石试料
6-筛板 7-反应管 8-气体均配管 9-还原气入口

图 1 还原管与筛板结构



1-下段内嵌锆纤维加热套 2-试料底部监控热电偶 3-中段内嵌锆纤维加热套
4-试料中部监控热电偶 5-上段内嵌锆纤维加热套 6-试料上部监控热电偶

图2 三段独立控温管式加热电阻炉结构示意图

6.3 还原炉

三段式加热炉，在线显示恒温区温度，试验时保证试料层在 $500^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 恒温区之内。三段电炉加热炉每段可单独调节控温（图2）。

6.4 温度控制装置

6.4.1 温度控制装置有三路温度显示系统，实时显示试料层上、中、下温度，保证还原气体与试料反应时，进入试料层的气体温度、整个试料层温度稳定在 $500^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 范围之内。

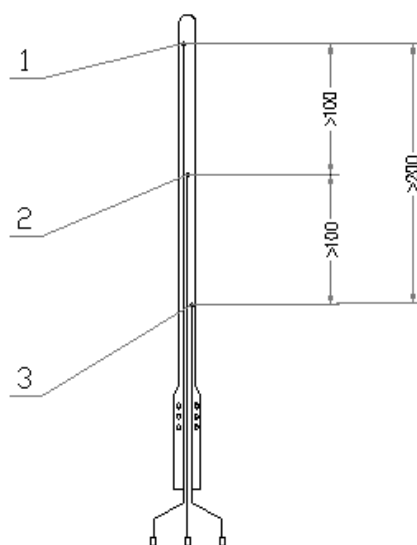
6.4.2 温度控制

6.4.2.1 控制精度： $500^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$

6.4.2.2 精度等级：不低于0.2级。

6.4.3 三点式监控热电偶（图3）

不低于工业级 II 级，热电偶测量端分别位于试料中心的上部、中部和下部。



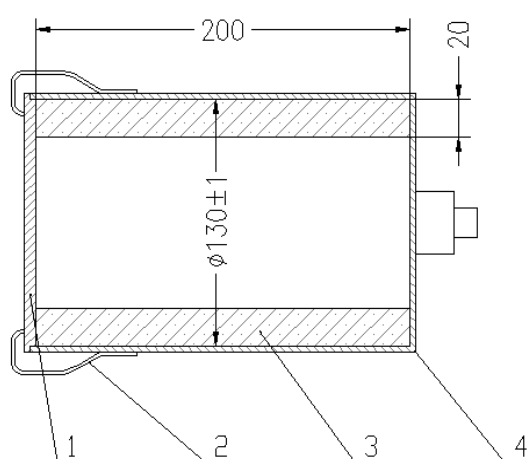
1-上段控温电偶 2-中段控温电偶 3-下段控温电偶

图3 三点式监控热电偶结构示意图

6.5 低温粉化转鼓

6.5.1 恒定转速：30r/min。

6.5.2 转鼓内径 $\phi 130\text{mm} \pm 1\text{mm}$ 、内长 $200\text{mm} \pm 1\text{mm}$ 的钢质容器，转鼓筒壁厚度不小于 5mm。鼓内壁有二块沿轴向对称安置的钢质提料板，长 $200\text{mm} \pm 1\text{mm}$ 、宽 $20\text{mm} \pm 1\text{mm}$ 、厚不小于 2mm。鼓的一端封闭，另一端用密封盖密封。密封盖应能保证粉尘不外泄（图4）。



1-密封盖 2-固定卡子 3-提料板 4-转鼓壳体

图4 低温粉化转鼓结构图

6.5.3 定期检查一次转鼓转数及转鼓磨损情况，如果超过 $300\text{r}/10\text{min} \pm 10\text{r}/10\text{min}$ 或鼓体尺寸不符合

5.5.2 要求,应及时修补和更换。

6.6 辅助设备

a) 电子天平: 精度不小于 0.1g。

b) 试样筛分: 符合 GB/T 6003 和 GB/T 6005 规定, 配备 16.0mm、12.5mm、10.0mm 的方形筛孔。

c) 振筛机: 振幅 40mm, 频率 120r/min。

d) 方孔筛: 6.3 mm、3.15mm、500 μ m, 木框, 筛面 330 mm \times 220 mm, 符合 GB/T 6003 和 GB/T 6005 规定。

e) 二分器: 槽宽 32 mm。

f) CO 报警器: 固定式、便携式各一台, 现场操作人员需随身携带。

g) 数料机: 粒度范围 Φ 10.0mm \sim Φ 12.5mm。

7 试样准备

7.1 概述

试验试样应按照 GB/T 10132.1 的规定进行取样和制样。试验试样应在 105 $^{\circ}$ C \pm 5 $^{\circ}$ C 温度下烘干, 时间不小于 2h, 然后冷却至室温, 并保存在干燥器中。低温还原粉化试验试样的总量不少于 2.5kg(干料)。

7.2 球团矿试料制备

通过筛分得到粒度范围为 10.0mm \sim 12.5mm 的部分, 并按随机的方法缩分, 制备出 4 \sim 5 份, 作为还原粉化试验用的试样。

7.3 天然铁矿和烧结矿试料制备

试样的粒度范围为 10.0 mm \sim 12.5mm, 按下列规定制备。

筛出大于 12.5mm 的试样, 并小心破碎大于 12.5mm 部分, 直至全部通过 16.0mm 的筛子。然后合并各部分进行筛分。从试样中筛除大于 12.5mm 和小于 10.0mm 的部分。然后将得到的 10.0mm \sim 12.5mm 部分试样混匀, 并按随机的方法缩分, 制备出 4 \sim 5 份, 作为还原粉化试验用的试样。

8 试验步骤

8.1 测定次数

对于一次检验, 至少要进行两次试验。

8.2 试料量

试料质量为 500g \pm 1 粒, 精确至 0.1g, 并记为 m_0 。

8.3 还原程序 (图 5)

把试样放到还原管中, 放入三点式热电偶, 将试样表面铺平, 封闭还原管。将 N_2 通入还原管, 标态流量为 5L/min, 然后把还原管放入还原炉中。放入还原管时的炉内温度不得大于 200°C 。

放入还原管后, 还原炉开始加热, 升温速度不得大于 $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 。当试样温度为 500°C 时, 增大 N_2 流量到 15L/min。在 500°C 恒温 30min, 使温度恒定在 $500^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 之间。

通入 $15\text{L}/\text{min} \pm 0.5\text{L}/\text{min}$ 标态流量的还原气体, 代替惰性气体, 连续还原 1h。

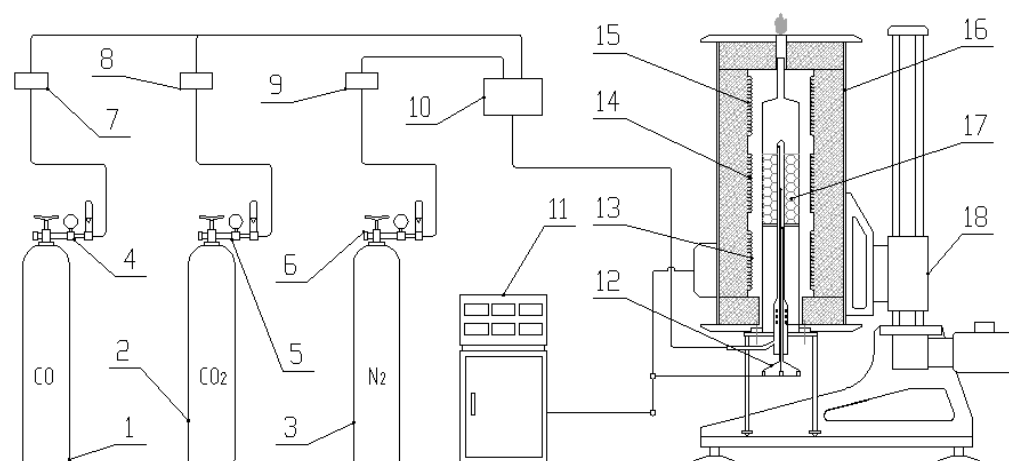
还原 1h 后, 停止通入还原气体, 并向还原管中通入惰性气体, 标态流量为 5L/min, 然后将还原管提出炉外进行冷却到 100°C 以下, 试验结束。

8.4 转鼓试验

从还原管中小心倒出试样, 测定其质量为 M_{b0} , 然后把它放到转鼓里, 固定密封盖, 以 $30\text{r}/\text{min} \pm 1\text{r}/\text{min}$ 的转速转 300r。

从转鼓中取出所有试样, 用振筛机筛分 60 秒。测定并记录留在 6.30 mm (M_{b1}), 3.15 mm (M_{b2}) 和 500 μm (M_{b3}) 各粒级筛上的试样质量。在转鼓试验和筛分中损失的粉末可视为小于 500 μm 的部分, 并记入其质量中。

由于一氧化碳和含有一氧化碳的还原气体是有毒气体, 还原试验应该在良好的通风环境中或抽风罩下进行。为了保证操作人员的安全, 应该根据国家的有关安全规则, 采取预防措施。



1-CO 钢瓶 2-CO₂ 钢瓶 3-N₂ 钢瓶 4-CO 减压阀 5- CO₂ 减压阀 6- N₂ 减压阀 7-CO 质量流量控制器
8- CO₂ 质量流量控制器 9- N₂ 质量流量控制器 10-还原气混气室 11-控制柜 12-三点控温偶
13-下加热段 14-中加热段 15-上加热段 16-还原炉体 17-反应管 18-电动升降机构

图 5 铁矿石低温粉化实验工艺流程图

9 结果的计算

9.1 计算公式

还原粉化指数 RDI 用质量百分数表示。由式(1), (2), (3) 计算:

$$\text{RDI} + 6.3 = \frac{m_{D1}}{m_{D0}} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

$$\text{RDI} + 3.15 = \frac{m_{D1} + m_{D2}}{m_{D0}} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

$$\text{RDI} - 0.5 = \frac{m_{D0} - (m_{D1} + m_{D2} + m_{D3})}{m_{D0}} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中: m_{D0} — 还原后转鼓前试样的质量, 单位为克(g);

m_{D1} — 留在 6.30 mm 筛上的试样质量, 单位为克(g);

m_{D2} — 留在 3.15 mm 筛上的试样质量, 单位为克(g);

m_{D3} — 留在 500 μ m 筛上的质量, 单位为克(g);

试验结果精确到小数点后一位数, 按 GB/T 8170 中进舍规则修约。

试验结果的评定, 以 RDI+3.15 的结果为考核指标, RDI + 6.3 和 RDI-0.5 只作为参考指标。

9.2 重复性和试验次数

还原粉化指数 RDI 两个试验结果之间的极差的大小, 将决定是否需要进行补充试验。极差范围的等级列于表 A【绝对值, % (m/m)】。

表 A

还原粉化指数 平均值 RDI% (m/m)	X ₁ -X ₂ 极差范围		
	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	-	-	-

最终试验结果数值的确定程序如 A1~A4，平均指数精确到小数点后一位数字。

规定 X_1 、 X_2 、 X_3 和 X_4 分别为第一次、第二次、第三次、第四次试验的结果。

规定 X_{\max} 和 X_{\min} 分别为本次检验的 3 或 4 个结果中的最大值和最小值。

A1 如果 $|X_1 - X_2| \leq A$ ，则取两次结果的平均值。

A2 如果 $|X_1 - X_2| > A$ ， $\leq B$ ，则进行第三次试验，得出 X_3 。

A2.1 如果 $X_{\max} - X_{\min} \leq B$ ，则取三次结果的平均值。

A2.2 如果 $X_{\max} - X_{\min} > B$ ，则做第四次试验，得出 X_4 。

A2.3 如果 $X_{\max} - X_{\min} \leq C$ ，则取四次结果的平均值。

A2.4 如果 $X_{\max} - X_{\min} > C$ ，则舍去 X_{\max} 和 X_{\min} ，取其余两个中间值的平均值。

A3 如果 $|X_1 - X_2| > B$ ， $\leq C$ ，一次就要再做两次试验，得出 X_3 、 X_4 。

A3.1 如果 $X_{\max} - X_{\min} \leq C$ ，则取四次结果的平均值。

A3.2 如果 $X_{\max} - X_{\min} > C$ ，则舍去 x_{\max} 和 x_{\min} ，取其两个中间值的平均值。

A4 如果 $|X_1 - X_2| > C$ ，则一次就要再做两次试验，得出 X_3 、 X_4 ，舍去其中的 X_{\max} 和 X_{\min} ，取其中两个中间值的平均值。

10 试验报告

试验报告应包括以下内容：

- a) 试验单位；
- b) 试验报告发表日期；

- c) 参照本标准；
- d) 试样说明：包括试料编号、原始质量、粒数和粒度范围；
- e) 还原粉化指数 RDI；
- f) 还原气体组成；
- g) 筛分方法、筛分时间；
- h) 入鼓前后试料的总质量；
- i) 本标准中没有规定的但可能影响实验结果的其它操作和实验条件；

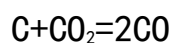
附录A一氧化碳发生炉

(资料性附录)

警告：一氧化碳是无色，无味对人体有伤害有毒的气体。本实验使用一氧化碳发生炉时，一氧化碳要随产随用，不允许储存。使用完毕后，要用氮气或空气清扫试验设备及管路，室内必须安装一氧化碳报警仪，试验在有良好通风条件的场合中进行，室内的一氧化碳浓度不允许超过50ppm。

A1、原理：

将木炭装入金属反应器中，加热到900℃通入氮气，通过干馏，使木炭脱水、脱氢及去除其它挥发分，然后通入CO₂气体，与木炭反应生成CO气体。



A2、原料

N₂、CO₂、木炭。

N₂: 99.99%;

CO₂: 99.5%;

木炭: 灰分≤5.0%; 固定碳≥70%; 小于10mm的颗粒≤10%。

A3、设备结构(图5)

A3.1 反应罐

材质 GH3044，带气水分离器。

A3.2 加热炉

工作温度：1000℃。

A3.3 控温装置

控温范围，常温～-1000℃。

A3.4 净化装置

净化气体末端安装三级过滤器；

脱水剂：变色硅胶。

CO₂吸附剂：碱石灰。

A3.5 气体量控制器

N₂流量控制器：量程10L/min，精度≤1.0% F.S。

CO₂流量控制器：量程5L/min，精度≤1.0% F.S。

CO流量检测器：量程5L/min，精度 $\leq 1.0\%$ F.S%。

A4 CO发生步骤

A4.1 木炭干馏

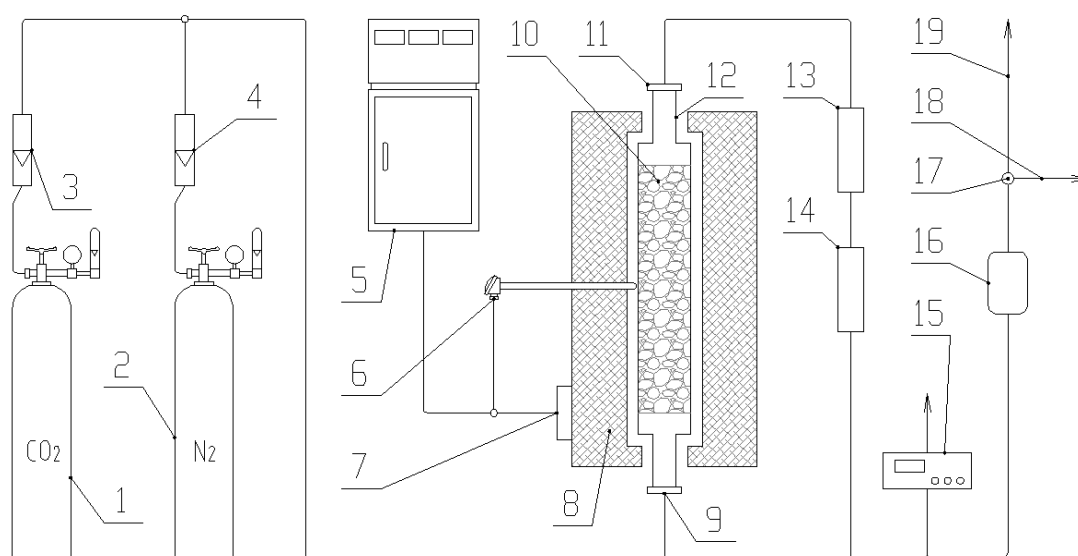
CO发生炉启动，200℃时向炉内通入流量为5L/min的氮气，加热到950℃时恒温，开始干馏过程，以脱除木炭中的水分与挥发分，恒温60 min后，停止干馏过程。

A4.2 CO发生、洗气与配气：

向发生炉内通入1.5L左右CO₂，产出CO经过脱水，脱CO₂，脱尘，进入CO流量检测器，通过调节CO₂流量保证CO流量达到3.00L/min \pm 0.01L/min，气体进入混合器与3.00L/min \pm 0.01L/min的CO₂，9.00L/min \pm 0.01L/min的N₂混合，配制合格的试验用还原气后方可开始试验。

A4.3 气路清洗：

试验结束后，CO₂切换为N₂，流量为5L/min，排清反应罐、管路、洗气系统中的CO，试验结束。



- 1- CO₂钢瓶 2- N₂钢瓶 3- CO₂流量控制器 4- N₂流量控制器 5-控温仪
 6-控温热电偶 7-加热端子 8-加热炉体 9-气体入口 10-木炭
 11-气体出口 12-反应管 13-脱水器 14-脱CO₂ 15-气体分析
 16-混气罐 17- 转换阀 18-CO出口 19-排空出口

图5 CO发生炉工艺流程图