



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 13240—2018  
代替 GB/T 13240—1991

---

## 高炉用铁球团矿 自由膨胀指数的测定

Iron ore pellets for blast furnace feedstocks—  
Determination of the free-swelling index

(ISO 4698:2007, MOD)

2018-05-14 发布

2019-02-01 实施

国家市场监督管理总局 发布  
中国国家标准化管理委员会

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 13240—1991《铁矿球团 相对自由膨胀指数的测定方法》，本标准与 GB/T 13240—1991 比较，除编辑性修改外，主要技术变化如下：

- 增加了“警示”和“7 设备的确认”；
- 在“还原”中“惰性气体”改为“氮气”；还原后，冷却终点温度低于 100 ℃”改为“冷却至室温（小于 50 ℃）”；
- 修改了附录 A 由“重复性和试验次数”修改为“试样分析结果验收程序”；
- 删除了附录 C“还原度  $RI_s$  的计算”。

本标准使用重新起草法修改采用 ISO 4698:2007《高炉用铁球团矿 自由膨胀指数的测定》。

本标准与 ISO 4698:2007 相比，存在下列结构性调整：

- 将 ISO 4698:2007 的 6.3 和 6.4 分别调整为本标准的 6.4 和 6.3；
- 将 ISO 4698:2007 的第 11 章调整为本标准的第 7 章；
- 将 ISO 4698:2007 的第 7 章调整为本标准的第 8 章；
- 将 ISO 4698:2007 的第 8 章调整为本标准的第 9 章；
- 将 ISO 4698:2007 的第 9 章调整为本标准的第 10 章；
- 将 ISO 4698:2007 的第 10 章调整为本标准的第 11 章。

本标准与 ISO 4698:2007 的技术性差异及其原因如下：

- 关于规范性引用文件，本标准做了具有技术性差异的调整，以适应我国的技术条件，调整的情况集中反映在第 2 章“规范性引用文件”中，具体调整如下：
  - 用等同采用国际标准的 GB/T 10322.1 代替了 ISO 3082:2000；
  - 用等同采用国际标准的 GB/T 20565 代替了 ISO 11323:2002。
- 还原气体的纯度由“还原气体中的杂质应不超过  $H_2$  0.2%（体积分数）， $CO_2$  0.2%（体积分数）， $O_2$  0.1%（体积分数）， $H_2O$  0.2%（体积分数）”修改为“还原气体的纯度  $CO$  99.9%（体积分数）， $N_2$  99.99%（体积分数）”，以符合我国的实际情况。
- 在“还原”中增加了“此时炉内的温度不得大于 200 ℃”和“升温速度不得大于 10 ℃/min”的要求，使操作更加规范。
- 在附录 B 中删除了“B.1 水银容量计法”和“B.3 水银浸入法”，以符合我国的实际情况。

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/TC 317)归口。

本标准起草单位：中华人民共和国嵊泗出入境检验检疫局、绍兴市上虞宏兴机械仪器制造有限公司。

本标准主要起草人：张鸟飞、陈雯、郑程、穆卫华、张关来、张萍。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 13240—1991。

# 高炉用铁球团矿 自由膨胀指数的测定

警示——使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

## 1 范围

本标准规定了球团矿在高炉自由还原过程中的自由膨胀指数的测定方法。  
本标准适用于高炉用铁球团矿。

## 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 10322.1 铁矿石 取样和制样方法(GB/T 10322.1—2014,ISO 3082:2009,IDT)

GB/T 20565 铁矿石和直接还原铁 术语(GB/T 20565—2006,ISO 11323:2002,IDT)

## 3 术语和定义

GB/T 20565 界定的术语和定义适用于本文件。

## 4 原理

使用体积测定装置测定室温下试验球团矿的体积。在等温还原条件下,将测试样品放在 900 °C 的固定床上自由还原,使用含有一氧化碳和氮气的还原气体还原,还原 60 min,冷却至室温测定还原后的体积。用还原前后的体积之差计算自由膨胀指数(以百分数表示)。

## 5 取样和制样

### 5.1 取样和样品制备

按照 GB/T 10322.1 进行取样和制样,随机筛选出颗粒完整的干态球团矿试样量至少 1 kg,球团矿的粒度范围应是 10.0 mm~12.5 mm。在制备试验样前,试样应在 105 °C±5 °C 的烘箱中烘干至恒重,并冷却至室温。

注:若连续两次干燥试样的质量变化不超过试样原始质量的 0.05%,则认为试样达到恒重状态。

### 5.2 试验样的制备

至少制备 4 份试验样,每份试验样由 18 颗从试样中经随机取得颗粒完整的球团矿组成。

## 6 设备

### 6.1 概述

试验设备应包括如下部分：

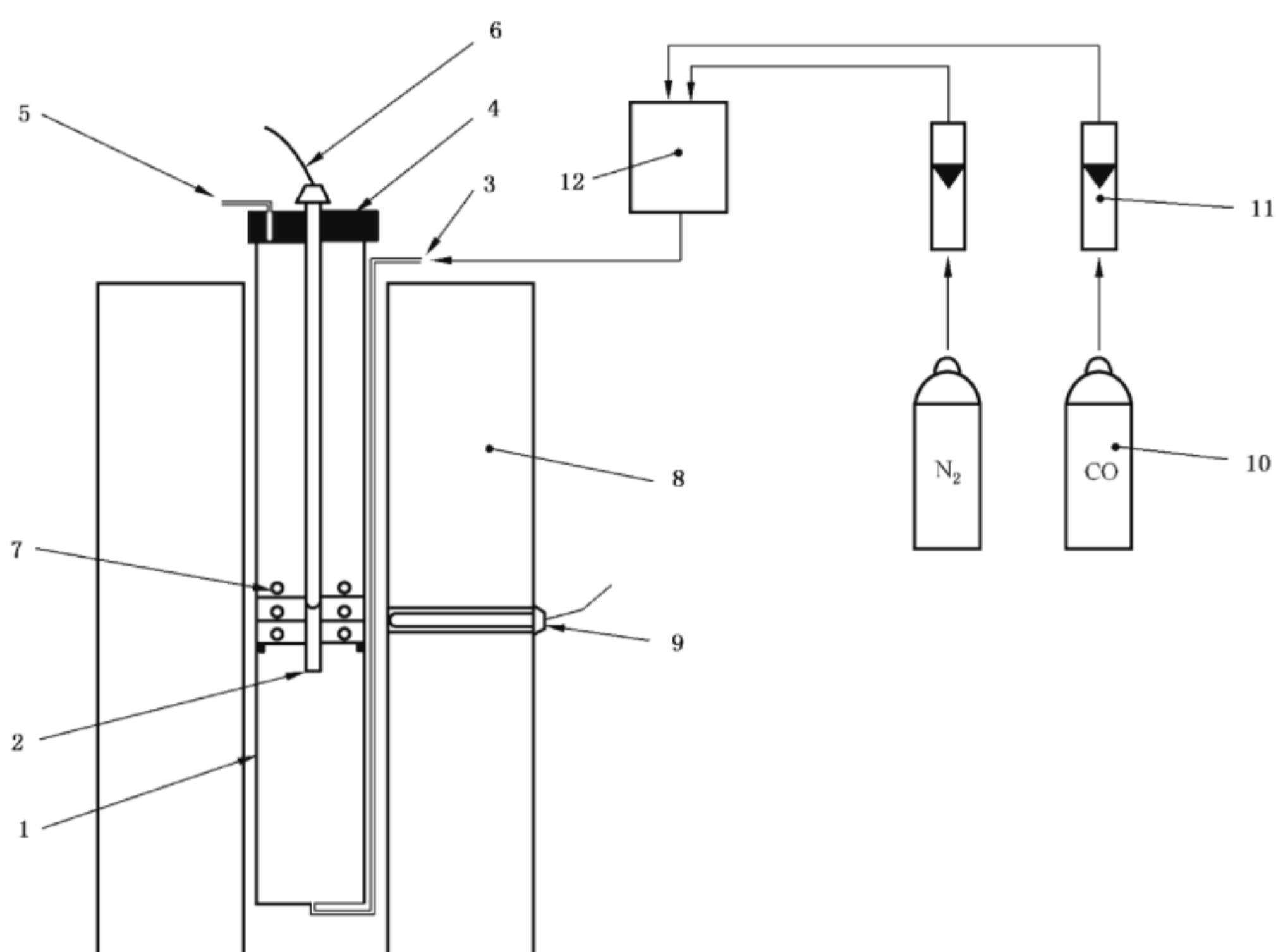
- a) 一般实验室设备,如烘箱、手动工具、时间控制装置及安全设备等;
- b) 还原管;
- c) 加热炉;
- d) 试验样盒;
- e) 供气和控制气体流量系统;
- f) 体积测定装置。

### 6.2 还原管

由抗变形、耐热不起皮的金属制成,能耐 900 °C 以上的温度,还原管内径应为 75 mm±1 mm。

### 6.3 加热炉

具有加热和控温能力,能保证全部试验样和与试验样接触的气体在整个试验期间保持在 900 °C ± 10 °C,试验设备示意图见图 1。



说明：

还原管：

1——还原管壁；

2——试验样盒；

3——进气口；

4——密封盖；

5——出气口；

6——测量还原温度热电偶；

7——试验样；

加热炉：

8——电炉；

9——测量电炉温度热电偶；

供气和控制气体流量系统：

10——气瓶；

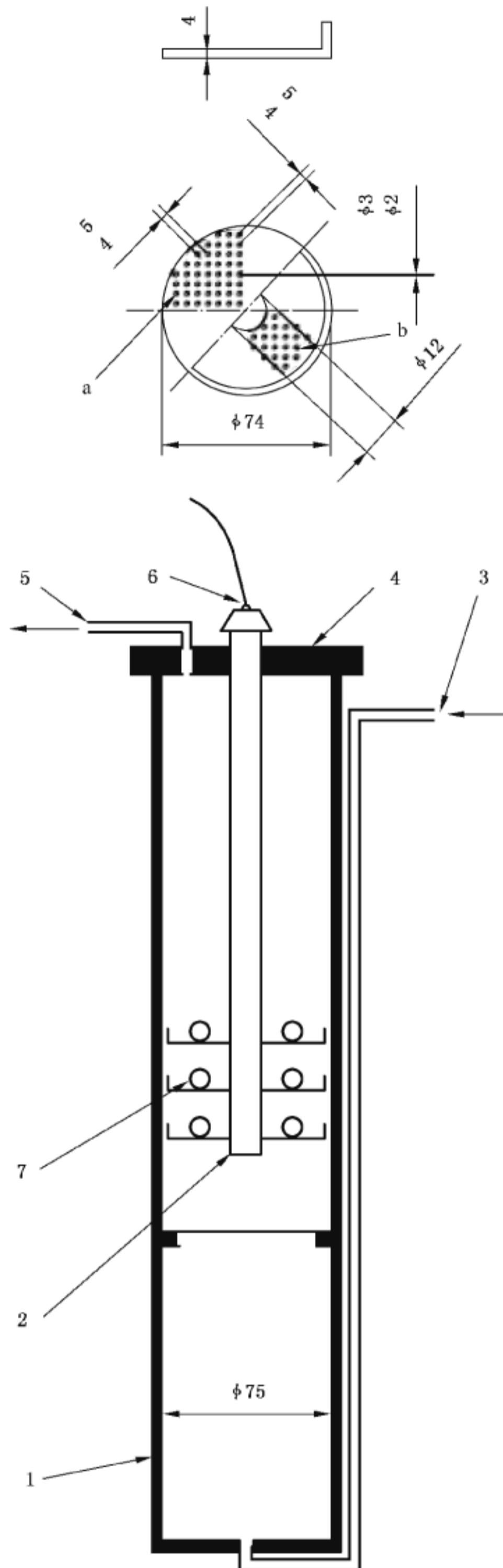
11——气体流量计；

12——混气箱。

图 1 试验设备示意图

#### 6.4 试验样盒

试验样盒由抗变形、耐热不起皮的金属制成，能耐 900 ℃ 以上的温度，共分为三层，每层可放置 6 个球团矿，总共 18 个。试验样盒可以采用从三个多孔板的中心焊接到管子上制成，互相平行，均匀隔开。管子应上头开口，下端封闭，将热电偶插入至试验样品的中部。多孔板厚度应为 4 mm，直径比还原管的内径小 1 mm，多孔板上的孔径为 2 mm~3 mm，相邻两孔孔心距为 4 mm~5 mm，试验样盒和还原管示意图见图 2。



说明：

- 1——还原管壁；
- 2——试验样盒；
- 3——进气口；

- 4——密封盖；
- 5——出气口；
- 6——热电偶；
- 7——试验样；

- a——试验样盒多孔板的设计尺寸；
- b——三层试验样盒多孔板的设计尺寸。

注：图中没有标注尺寸的地方只是提供相关信息。

图2 试验样盒和还原管示意图

## 6.5 供气和控制气体流量系统

具有供应气体并调节气体流量的能力。

## 6.6 体积测定装置

能够测定试验样体积,精确至 0.2 mL。

试验样体积的测定按附录 B 实施。

## 7 设备的确认

为确保试验结果的可靠性,有必要定期对设备进行检查。检查的频率由各个实验室自行决定。

检查的项目应包括:

- a) 还原管;
- b) 温度控制和监测装置;
- c) 气体流量计;
- d) 气体纯度;
- e) 记录系统;
- f) 时间控制装置;
- g) 体积测定装置。

建议制备内部参考物质用于定期检查试验的重复性。

上述验证活动的记录应保存。

## 8 试验条件

### 8.1 概述

测量所用气体的体积和流量采用标准状态下(温度 0 °C,一个标准大气压 101.325 kPa)的体积和流量。

### 8.2 还原气体

#### 8.2.1 组成

还原气体应包括:

CO	30.0%±0.5% (体积分数)
N <sub>2</sub>	70.0%±0.5% (体积分数)

#### 8.2.2 纯度

还原气体的纯度:

CO	99.9% (体积分数)
N <sub>2</sub>	99.99% (体积分数)

#### 8.2.3 流量

在整个还原过程中,还原气体的流量应保持在 15 L/min±1 L/min。



### 8.3 加热和冷却用气体

氮气(N<sub>2</sub>)应作为加热和冷却用气体,杂质含量不应超过 0.1%(体积分数)。

氮气流量应保持在 10 L/min 直至试验样的温度达到 900 °C;在温度平衡期间,氮气的流量为 15 L/min;冷却期间,氮气的流量应为 5 L/min。

### 8.4 试验样的温度

还原气体在接触试验样前应预热,确保全部试验样的温度在整个还原阶段保持在 900 °C ±10 °C,该温度由测量还原温度热电偶采集。

## 9 分析步骤

### 9.1 测定次数

根据附录 A 的规定进行足够次数的试验。

### 9.2 还原

**警示——一氧化碳及含有一氧化碳的还原气体是有毒和危险的。试验应在通风良好或在一个抽风罩下进行。应根据地方或国家安全条例采取防护措施以保护操作者的安全。**

按附录 B 的规定测定试验样的体积(V<sub>0</sub>),精确至 0.2 mL。

试验样盒有 3 层(见 6.4),在其中每一层上放置 6 个球团矿,并把它放入还原管中(见 6.2)。密封还原管顶部。连接热电偶,确保其末端位于试验样的中部,将还原管放入加热炉中,此时炉内的温度不得大于 200 °C。连接供气和控制气体流量系统(见 6.5)。使氮气通过试验样品,流量至少为 10 L/min,开始加热,升温速度不得大于 10 °C/min。当试验样的温度接近 900 °C 时,将流量增加至 15 L/min ± 1 L/min。当温度达到 900 °C ±10 °C 后,保持试验样在此温度下 15 min。

用流量为 15 L/min ± 1 L/min 的还原气体(见 8.2)替代氮气,还原 60 min,关闭加热炉电源。用流量为 5 L/min 氮气替代还原气体,从加热炉(见 6.3)中取出还原管,并在氮气的保护下冷却至室温(小于 50 °C)。

某些球团矿在小于 60 min 还原时间内有较大程度的膨胀,因此,适当的时候可选择较短的还原时间,例如 40 min。

### 9.3 体积测定

从还原管中取出试验样并立即测试试验样的总体积(V<sub>1</sub>),测定方法与测定试验样的体积(V<sub>0</sub>)相同。

## 10 结果计算及其表示

### 10.1 自由膨胀指数的计算(V<sub>FS</sub>)

按式(1)计算自由膨胀指数(V<sub>FS</sub>),以百分数表示,修约到小数点后 1 位。

$$V_{FS} = \frac{V_1 - V_0}{V_0} \times 100 \dots\dots\dots(1)$$

式中:

V<sub>0</sub>——还原前试验样的体积,单位为毫升(mL);



$V_1$ ——还原后试验样的体积,单位为毫升(mL)。

## 10.2 分析结果的确定

按附录 A 中的步骤,根据式(1)计算独立重复测试结果,与重复性限  $r$  作比较,确定最终分析结果,结果保留到小数点后 1 位。

重复性限  $r=3\%$ 。

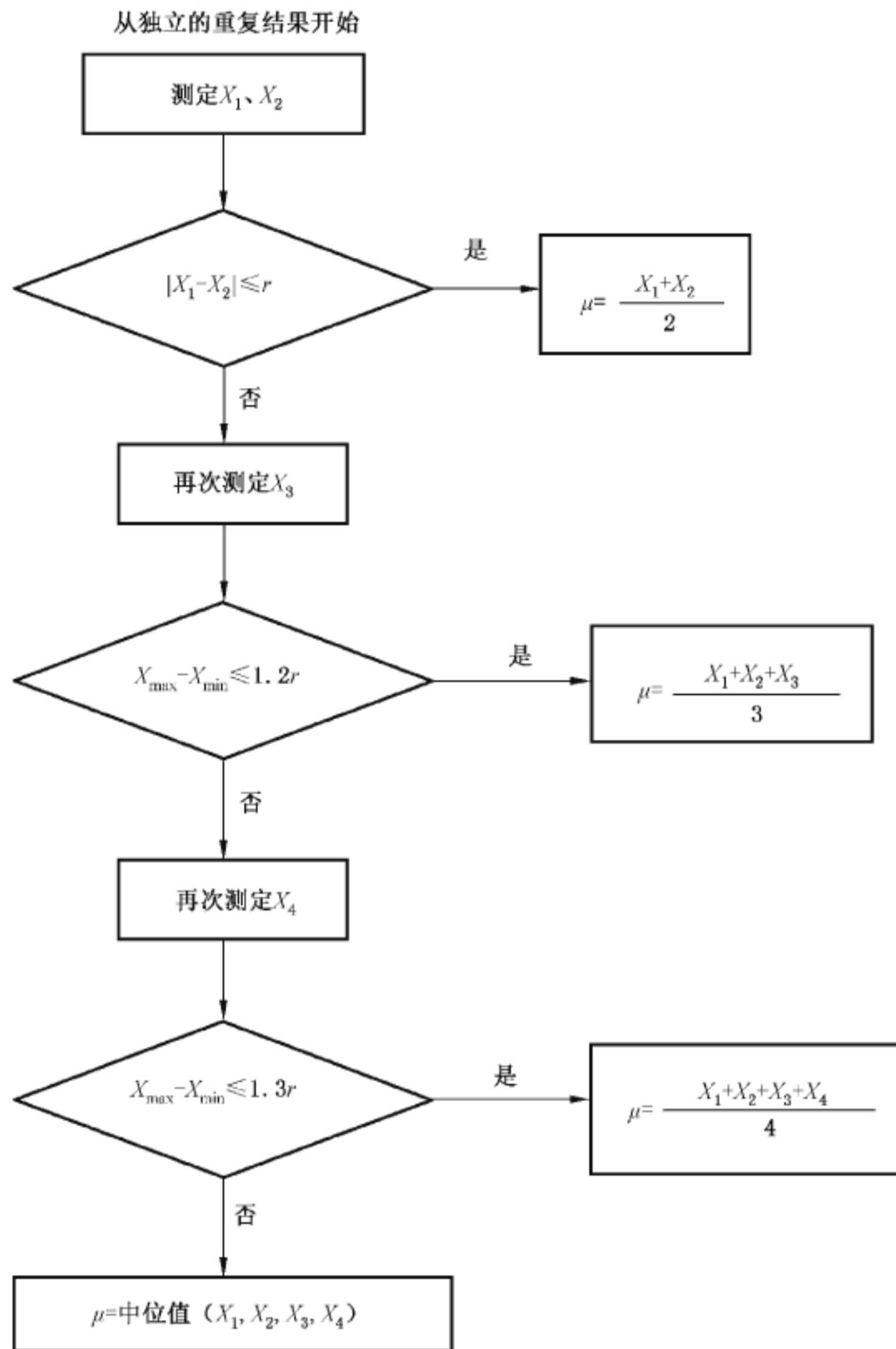
## 11 试验报告

试验报告应包括下列信息:

- a) 本标准编号;
- b) 试样测定中所有必要的详细说明;
- c) 测试实验室的名称和地址;
- d) 试验日期;
- e) 试验报告发布日期;
- f) 试验责任者签字;
- g) 本标准中没有规定的任何操作细节和试验条件,或认为可能对试验结果有影响的任何因素;
- h) 自由膨胀指数,  $V_{FS}$ ;
- i) 如果还原时间不到 60 min,应标明具体还原时间;
- j) 使用的体积测定方法。

附录 A  
(规范性附录)  
试样分析结果验收程序

试样分析结果验收程序见图 A.1。



注：r 为重复性限，见 10.2。

图 A.1 试样分析结果验收程序流程图

**附 录 B**  
(规范性附录)  
球团矿的体积测定方法

## B.1 油酸钠-煤油——容量计法

### B.1.1 原理

在球团矿表面形成一层疏水的油酸钠水溶液薄膜,并用煤油使薄膜稳定,根据球团矿在空气和水中的质量之差,并通过水的密度来计算其体积。

### B.1.2 水和试剂

使用的水和试剂,应在需要时现配制。

B.1.2.1 水、蒸馏水或离子交换水。

B.1.2.2 油酸钠水溶液, $c(\text{C}_{17}\text{H}_{33}\text{COONa})=0.1\text{ mol/L}$ 。

B.1.2.3 煤油。

### B.1.3 设备

#### B.1.3.1 盛放试剂(油酸钠水溶液和煤油)的容器

设计这种容器应考虑到浸在试剂中的吊篮可以自由移动,该容器采用不与油酸钠水溶液或煤油反应的材料(如玻璃)制成。

#### B.1.3.2 浸入试剂中的吊篮

作为球团矿浸入试剂时的盛装容器。应采用不与油酸钠水溶液或煤油反应的材质制造,吊篮的结构应能使试验样在其中能排列成两层或三层。

#### B.1.3.3 浸入水中的吊篮

作为球团矿浸入水时的盛装容器(见图 B.1),应由不附着气泡的材质制成。

#### B.1.3.4 吸水海绵

由两对海绵组成(见图 B.2),其表面覆盖纱布,以去除球团矿表面上的试剂泡沫。

#### B.1.3.5 称量设备

天平,感量 0.00 1 g。

#### B.1.3.6 悬挂线

适合于将吊篮悬挂于水中的线,直径约 0.3 mm。

#### B.1.3.7 烧杯

烧杯用于在水中称重试验样,其容量适宜,使吊篮不接触烧杯。烧杯的底面积应足够大,使得称重试验样时,保证水平面不会发生明显的变化。

B.1.3.8 支架

支撑烧杯的支架用木材或金属制成,不能采用可能产生静电的材质,如丙烯酸树脂。

B.1.3.9 温度计

温度计的刻度单位小于或等于 0.5 °C。

单位为毫米

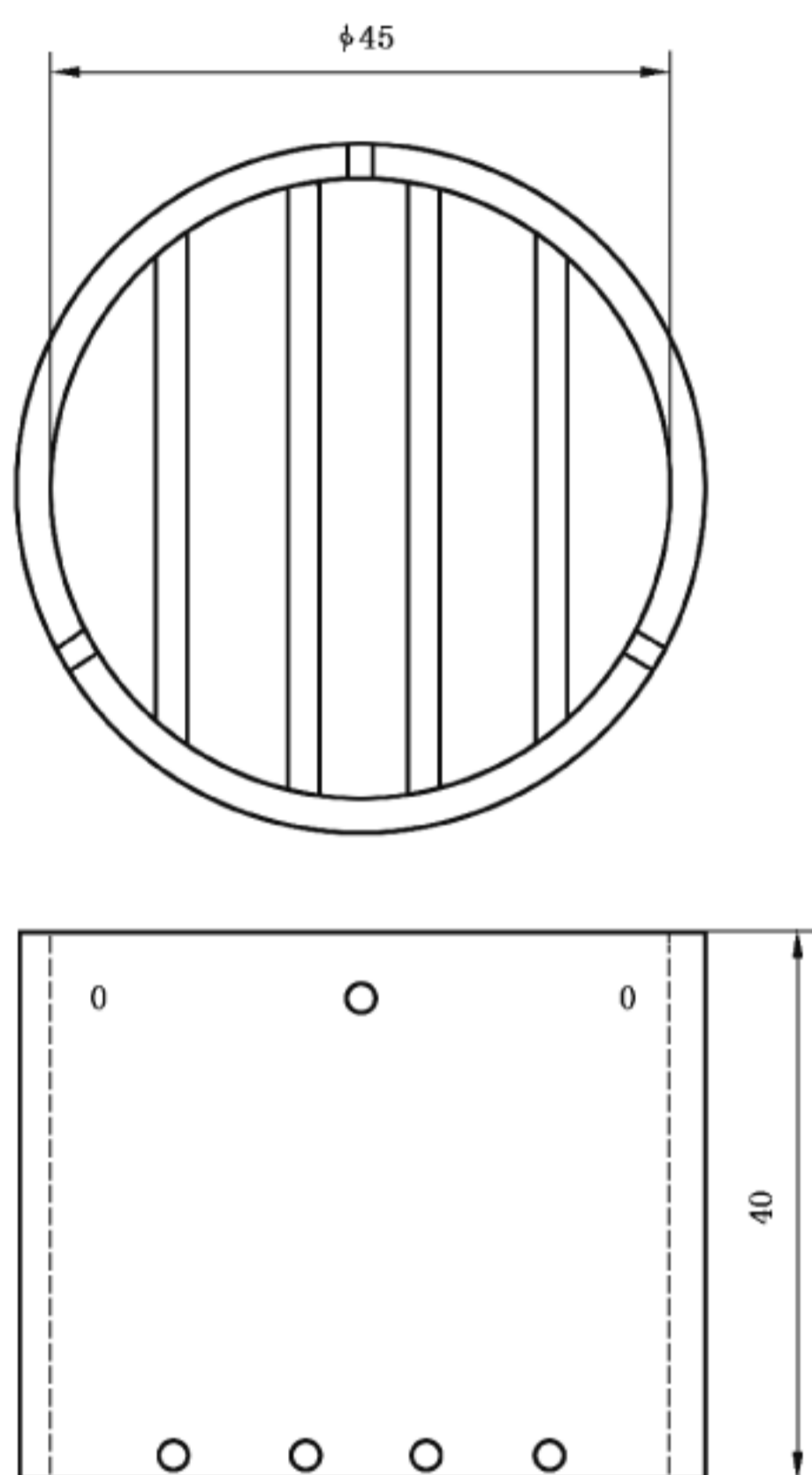
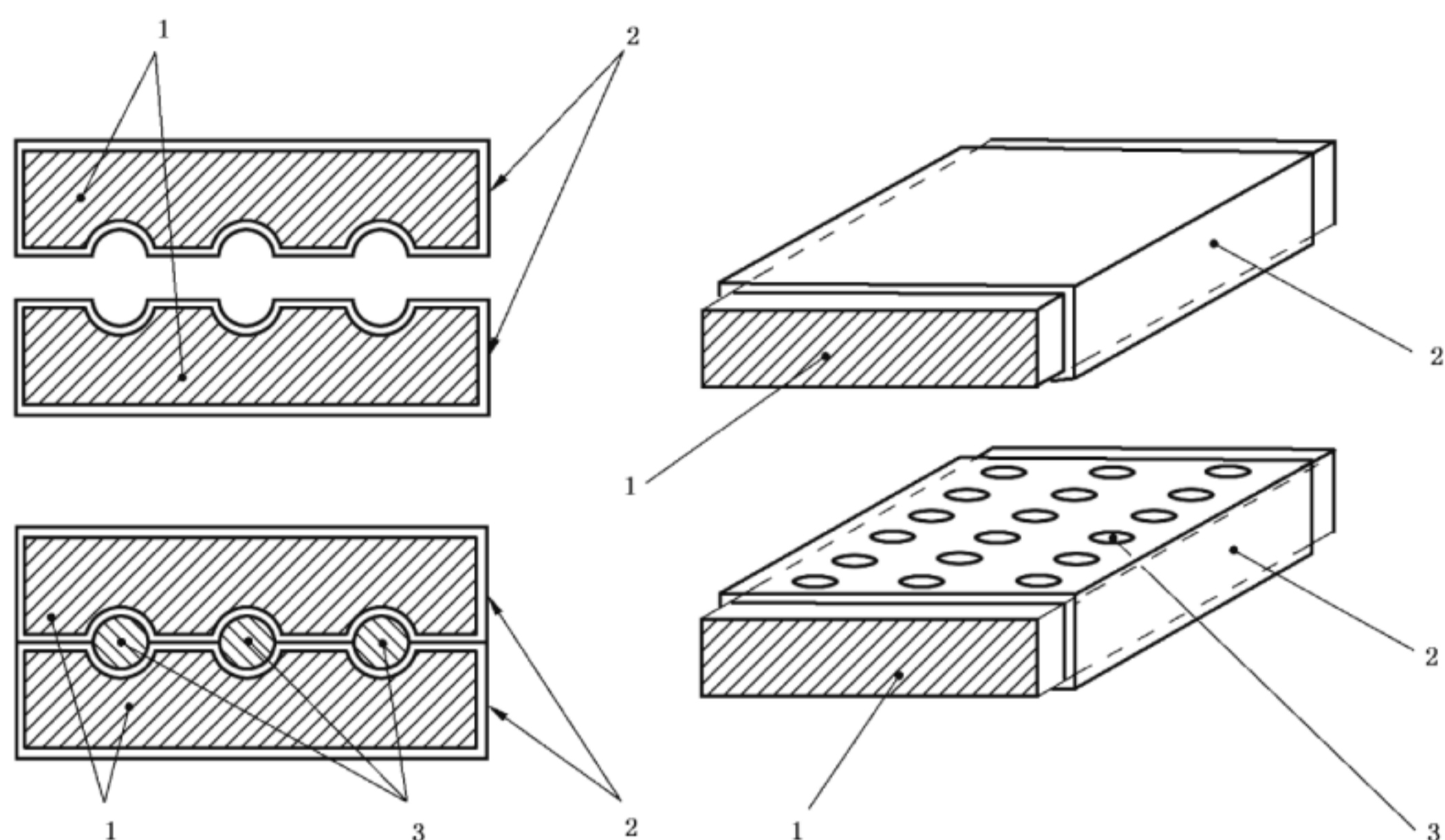


图 B.1 浸入水中的吊篮示意图



说明:

- 1——海绵;
- 2——纱布(折四层);
- 3——球团矿。

图 B.2 吸水海绵

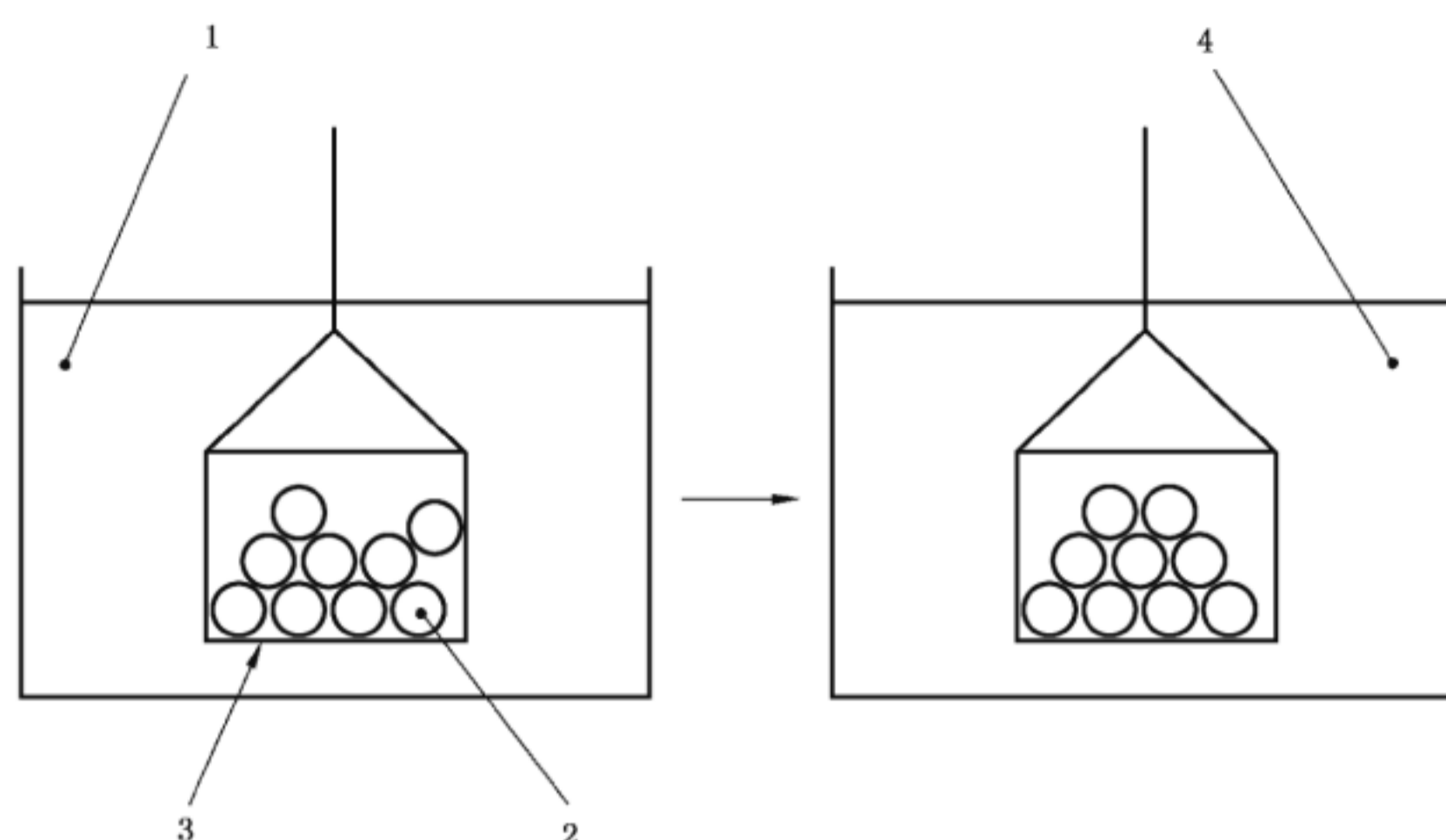
#### B.1.4 分析步骤

**B.1.4.1** 将球团矿放入吊篮中(见 B.1.3.2),并将盛有球团矿的吊篮浸入油酸钠水溶液中(见 B.1.2.2)中,保持 30 min。在提升吊篮之前,轻微晃动吊篮以除去粘附在球团矿表面上的气泡。

**B.1.4.2** 取出浸在试剂中的球团矿,将球团矿相互独立地放在一对海绵里(见 B.1.3.4)。然后,用手轻轻挤压海绵 10 s,以吸附粘附在球团矿上的油酸钠残留物。然后,将试验样按垂直方向旋转至大约  $90^\circ$ ,摆好另一对海绵并再次向下挤压约 10 s,以保证所有球团矿的全部表面去除残留物。使用纱布时,干净的一面朝外。

**B.1.4.3** 将去除残留物的球团矿放入吊篮里(见 B.1.3.2),然后把装有球团矿的吊篮放入煤油中 10 s(见图 B.3)。





说明：

- 1——油酸钠水溶液；
- 2——球团矿；
- 3——吊篮；
- 4——煤油。

图 B.3 浸入油酸钠水溶液的示意图

B.1.4.4 将球团矿从煤油中取出,放在另一对海绵里,按步骤 B.1.4.2 去除煤油残留物。

B.1.4.5 将 B.1.4.4 去除残留物的球团矿放入吊篮(见 B.1.3.3)里并浸入水中。然后轻微晃动吊篮以去除粘在试验样表面的气泡,紧接着把它悬挂在天平上(见图 B.4)。将试验样在水中浸置 1 min,记录质量( $m_1$ )。

注:预先将吊篮在水中浸泡,可有助于避免气泡的附着。

B.1.4.6 从吊篮中取出球团矿,放在一对海绵里以去除粘附在试验样表面的水分。

B.1.4.7 将试验样放置在天平上称量,记录试验样在空气中的质量( $m_2$ )。

B.1.4.8 将取出试验样的吊篮勾住,将其浸入水中。记录吊篮在水中的质量( $m_3$ )。

B.1.4.9 测量烧杯中水的温度,利用相关表格查得该温度下水的密度( $\rho_1$ ),取 4 位有效数字。

### B.1.5 体积计算

按式(B.1)计算试验样的体积  $V$ ,单位为毫升(mL),修约到小数点后第 3 位。

$$V = \frac{m_2 - (m_1 - m_3)}{\rho_1} \dots\dots\dots (B.1)$$

式中：

- $m_1$ ——试验样与吊篮在水中的质量之和(见 B.1.4.5),单位为克(g)；
- $m_2$ ——试验样在空气中的质量(见 B.1.4.7),单位为克(g)；
- $m_3$ ——吊篮在水中的质量(见 B.1.4.8),单位为克(g)；
- $\rho_1$ ——试验温度下水的密度,单位为克每毫升(g/mL)。

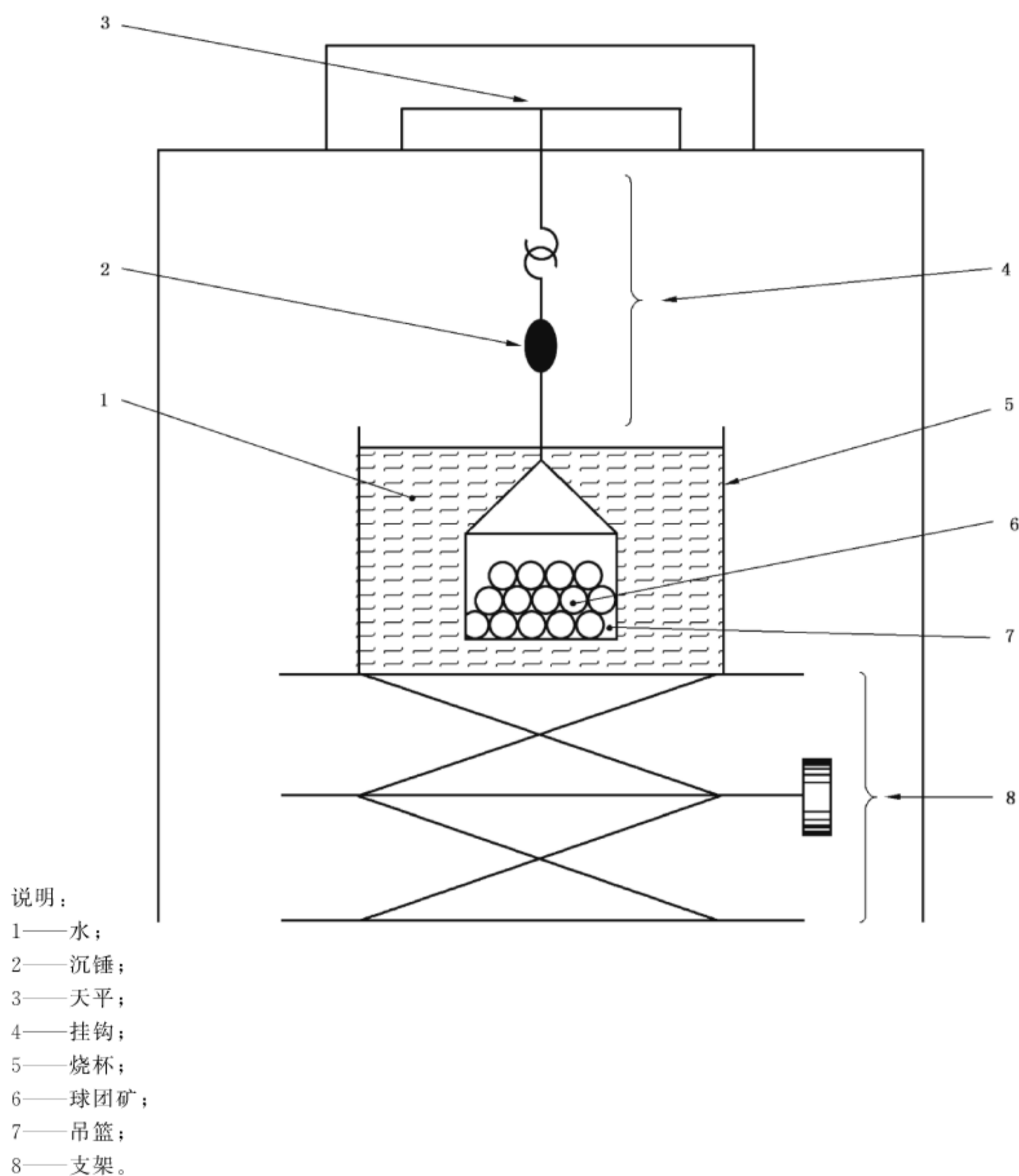


图 B.4 水中测定质量示意图

## B.2 水浸入法

### B.2.1 原理

当球团矿的孔隙中充满水后,根据球团矿在空气和水中的质量之差,并通过水的密度来计算球团矿的体积。

### B.2.2 水

使用的水,应在需要时现配制。

### B.2.3 仪器

#### B.2.3.1 吊篮

盛装试验样的吊篮浸入水中(见图 B.1),应采用不附着气泡的材质。

**B.2.3.2 悬挂线**

适合于将吊篮悬挂于水中的线,直径约为 0.3 mm。

**B.2.3.3 盛水容器**

要求该容器在测量试验样或吊篮的质量时,容器里面的水面不会发生明显的变化。

**B.2.3.4 支架**

支撑烧杯的支架用木材或金属制成,不能采用可能产生静电的材质,如丙烯酸树脂。

**B.2.3.5 吸水海绵**

由一对海绵组成(见图 B.2),其表面覆盖纱布。

**B.2.3.6 称量设备**

天平,感量 0.00 1 g。

**B.2.3.7 温度计**

温度计的刻度单位小于或等于 0.5 °C。

**B.2.4 分析步骤**

将装有试验样的吊篮(见 B.2.3.1)放入水中并晃动以去除气泡。在水中放置 20 min,记录试验样和吊篮的质量之和( $m_1$ )。

从吊篮中取出试验样,仔细将试验样中的每个球团矿放入吸水海绵(见 B.2.3.5)中,然后在换了纱布之后重复该步骤(在包裹时使用干净的纱布表面)。

从吸水海绵中取出试验样后,立刻称量并记录试验样的质量( $m_2$ )。

将取出试验样的吊篮浸入水中,测定吊篮在水中的质量( $m_3$ )。

测量烧杯里水的温度,利用相关表格查得该温度下水的密度( $\rho_1$ ),取 4 位有效数字。

**B.2.5 结果计算**

按式(B.2)计算试验样的体积  $V$ ,单位为毫升(mL),修约到小数点后第 3 位。

$$V = \frac{m_2 - (m_1 - m_3)}{\rho_1} \dots\dots\dots (B.2)$$

式中:

$m_1$ ——试验样与吊篮在水中的质量之和,单位为克(g);

$m_2$ ——浸水后试验样在空气中的质量,单位为克(g);

$m_3$ ——吊篮在水中的质量,单位为克(g);

$\rho_1$ ——试验温度下水的密度,单位为克每毫升(g/mL)。

中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准  
高 炉 用 铁 球 团 矿  
自 由 膨 胀 指 数 的 测 定  
GB/T 13240—2018

\*

中国标准出版社出版发行  
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)  
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址:www.spc.org.cn

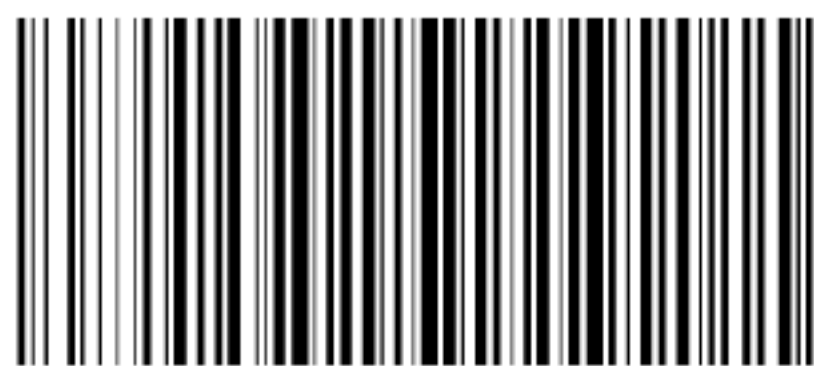
服务热线:400-168-0010

2018年5月第一版

\*

书号:155066·1-60297

版权专有 侵权必究



GB/T 13240—2018