



НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

РУДИ ЗАЛІЗНІ — СИРОВИНА ДЛЯ ДОМЕННОГО ВИРОБНИЦТВА

Визначення відновлюваності
за індексом кінцевого ступеня відновлювання
(ISO 7215:2007, IDT)

ДСТУ ISO 7215:2008

Видання офіційне

БЗ № 7–2008/259

Київ
ДЕРЖСПОЖИВСТАНДАРТ УКРАЇНИ
2010

ПЕРЕДМОВА

1 ВНЕСЕНО: Технічний комітет стандартизації ТК 9 «Руди залізни та марганцеві»

ПЕРЕКЛАД І НАУКОВО-ТЕХНІЧНЕ РЕДАГУВАННЯ: **В. Воротеляк, Т. Железнова, Ф. Журавльов**, канд. техн. наук (науковий керівник), **Л. Зінченко, В. Лихошва, В. Лялюк**, д-р техн. наук, **В. Рибалка**

2 НАДАНО ЧИННОСТІ: наказ Держспоживстандарту України від 29 липня 2008 р. № 250 з 2008–10–01

3 Національний стандарт відповідає ISO 7215:2007 Iron ores for blast furnace feedstocks — Determination of the reducibility by the final degree of reduction index (Руди залізни — сировина для доменного виробництва. Визначення відновлюваності за індексом кінцевого ступеня відновлення)

Ступінь відповідності — ідентичний (IDT)
Переклад з англійської (en)

4 УВЕДЕНО ВПЕРШЕ (зі скасуванням в Україні ГОСТ 28658–90 (ИСО 7215–85))

Право власності на цей документ належить державі.
Відтворювати, тиражувати і розповсюджувати його повністю чи частково
на будь-яких носіях інформації без офіційного дозволу заборонено.
Стосовно врегулювання прав власності треба звертатися до Держспоживстандарту України

Держспоживстандарт України, 2010

ЗМІСТ

	С.
Національний вступ	IV
1 Сфера застосування	1
2 Нормативні посилання	1
3 Терміни та визначення понять	2
4 Суть методу	2
5 Відбирання, готування проб та наважок.....	2
6 Апаратура	2
7 Умови випробовування.....	3
8 Методика випробовування	3
9 Опрацювання результатів.....	4
10 Протокол випробовування	5
11 Перевіряння	5
Додаток А Схема методики для прийняття результатів випробувань	8
Додаток В Виведення формули завершального ступеня відновлення	9

НАЦІОНАЛЬНИЙ ВСТУП

Цей стандарт є тотожний переклад ISO 7215:2007 Iron ores for blast furnace feedstocks — Determination of the reducibility by the final degree of reduction index (Руди залізни — сировина для доменного виробництва. Визначення відновлюваності за індексом кінцевого ступеня відновлювання).

Технічний комітет, відповідальний за цей стандарт, — ТК 9 «Руди залізни та марганцеві» (Центр «Стандартрудсепро», Криворізький металургійний факультет Національної металургійної академії України).

Стандарт відповідає чинному законодавству України.

До стандарту внесено такі редакційні зміни:

- вилучено довідковий матеріал «Вступ»;
- вираз «цей міжнародний стандарт» замінено на «цей стандарт»;
- до розділу 2 «Нормативні посилання» долучено «Національне пояснення», виділене рамкою;

- позначки одиниць вимірювання відповідають серії стандартів ДСТУ 3651–97 Метрологія. Одиниці фізичних величин;

- структурні елементи цього стандарту: «Обкладинку», «Передмову», «Національний вступ» та «Бібліографічні дані» — оформлено згідно з вимогами національної стандартизації України.

ISO 3082:2000 та ISO 9507:1990 впроваджено в Україні як національні стандарти ДСТУ 4574:2006 та ДСТУ ISO 9507–2003.

ISO 11323:2002 впроваджено в Україні як національний стандарт ДСТУ ISO 11323:2007.

Копії документів, на які є посилання в цьому стандарті, можна отримати в Головному фонді нормативних документів.

НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

**РУДИ ЗАЛІЗНІ — СИРОВИНА
ДЛЯ ДОМЕННОГО ВИРОБНИЦТВА**
Визначення відновлюваності за індексом
кінцевого ступеня відновлювання

**РУДЫ ЖЕЛЕЗНЫЕ КАК СЫРЬЕ
ДЛЯ ДОМЕННОГО ПРОИЗВОДСТВА**
Определение восстановимости по индексу
конечной степени восстановления

IRON ORES FOR BLAST FURNACE FEEDSTOCKS

Determination of the reducibility
by the final degree of reduction index

Чинний від 2008–10–01

ЗАСТОРОГА! Цей стандарт дозволяє використовувати небезпечні матеріали, дії та обладнання. Цим стандартом не передбачено регламентувати проблеми безпеки, пов'язані з його використанням. Це є відповідальністю користувачів цього стандарту, які на практиці повинні створювати відповідну санітарію та безпеку, і визначати заходи безпеки перед використанням.

1 СФЕРА ЗАСТОСУВАННЯ

Цей стандарт установлює метод, що забезпечує оцінювання величини відносного ступеня протягом якого кисень може бути видалений із залізних руд, що подібне до умов, які переважають у зоні відновлювання доменної печі.

Цей стандарт застосовують до кускових руд, агломератів і обпалених окатків.

2 НОРМАТИВНІ ПОСИЛАННЯ

Наступні нормативні документи, на які посилаються, обов'язкові для застосування у цьому стандарті. Для датованих посилань застосовують тільки наведені видання. Для недатованих посилань — останнє видання стандарту (включаючи будь-які поправки).

ISO 2597-1:2006 Iron ores — Determination of total iron content — Part 1: Titrimetric method after tin(II) chloride reduction

ISO 3082:2000¹⁾ Iron ores — Sampling and sample preparation procedures

ISO 9035:1989 Iron ores — Determination of acid-soluble iron(II) content — Titrimetric method

ISO 9507:1990 Iron ores — Determination of total iron content — Titanium(III) chloride reduction methods

ISO 11323:2002 Iron ore and direct reduced iron — Vocabulary.

¹⁾ Після перегляду використовувати спільно з ISO 10836 Руди залізні. Метод відбирання та готування проб для фізичних випробовувань.

НАЦІОНАЛЬНЕ ПОЯСНЕННЯ

ISO 2597-1:2006 Руди залізнi. Визначання вiстун загального залiза. Частина 1. Титрометричний метод пiсля вiдновлювання хлоридом олова (II)

ISO 3082:2000¹⁾ Руди залiзнi. Методи вiдбирання та готування проб

ISO 9035:1989 Руди залiзнi. Визначання розчиннокислого залiза (II) титрометричним методом

ISO 9507:1990 Руди залiзнi. Визначання загального залiза пiсля вiдновлювання хлоридом титану (III)

ISO 11323:2002 Руда залiзна i залiзо прямого вiдновлювання. Словник термiнiв.

3 ТЕРМІНИ ТА ВИЗНАЧЕННЯ ПОНЯТЬ

Термiни та визначення понять, якi застосовують у цьому стандартi, подано в ISO 11323.

4 СУТЬ МЕТОДУ

Наважку iзотермiчно вiдновлюють протягом 180 хв на нерухомiй постелi за температури 900 °C iз застосуванням вiдновлюваного газу, що мiстить CO i N₂. Ступiнь вiдновлення розраховують за втратою маси кисню пiсля 180 хв.

5 ВІДБИРАННЯ, ГОТУВАННЯ ПРОБ ТА НАВАЖОК

5.1 Вiдбирання та готування проб

Вiдбирати вiд партiї та готувати випробну пробу треба згiдно з ISO 3082.

Клас крупностi для окаткiв повинен бути мiнус 12,5 мм плус 10,0 мм.

Клас крупностi для агломерату та кускових руд повинен бути мiнус 20,0 мм плус 18,0 мм.

Випробну пробу сухою масою не менше нiж 2,5 кг отримують iз матерiалу певної крупностi.

Перед готуванням наважок випробну пробу висушують у сушильнiй шафi за температури (105 ± 5) °C до постiйної маси та охолоджують до кiмнатної температури.

Примiтка. Постiйної маси досягнуто, якщо рiзниця у масi мiж двома наступними вимiрюваннями становить менше нiж 0,05 % вiд початкової маси випробної проби.

5.2 Готування наважок

Для складання кожної наважки частки руди вiдбирають довiльно.

Примiтка. Ручнi методи скорочування рекомендовано в ISO 3082, для одержання наважок може бути застосований жолобчатий дiлильник.

Iз випробної проби повинно бути пiдготовлено не менше нiж 5 наважок, кожна масою приблизно 500 г (± маса 1 частки): 4 наважки для випробовування i 1 для хiмiчних аналiзiв.

Наважки зважують iз точнiстю до 1 г та реeструють масу кожної наважки биркою.

6 АПАРАТУРА

6.1 Загальнi положення

Апаратура для випробовування повинна мiстити:

a) звичайне лабораторне обладнання, таке як сушильна шафа, ручнi iнструменти, пристрiй контролювання часу та засоби захисту;

b) вiдновлювальну трубку в комплектi;

c) пiч, яка обладнана вагами для визначання втрати маси наважки в будь-який час протягом випробовування;

d) систему подавання та регулювання швидкостi потоку газiв;

e) пристрiй для зважування.

Приклад апаратури для випробовування показано на рисунку 1.

6.2 Вiдновлювана трубка, зроблена з жаростiйкого металу, здатного витримувати температуру вище нiж 900 °C не утворюючи окалину та стiйкого до деформацiї. Внутрiшнiй дiаметр

¹⁾ Пiсля перегляду використовувати спiльно з ISO 10836 Руди залiзнi. Метод вiдбирання та готування проб для фiзичних випробовувань.

повинен становити (75 ± 1) мм. З'ємна перфорована пластина, зроблена з жаростійкого металу, здатного витримувати температуру вище ніж $900\text{ }^{\circ}\text{C}$ не утворюючи окалину, повинна бути встановлена у відновлювану трубку для підтримання наважки та гарантувати рівномірний потік газу через неї. Перфорована пластина повинна бути 4 мм завтовшки, з діаметром на 1 мм менше ніж внутрішній діаметр трубки. Діаметр отворів у пластині повинен бути від 2 мм до 3 мм, відстань між центрами отворів — від 4 мм до 5 мм.

Приклад відновлюваної трубки показано на рисунку 2.

6.3 Піч, що забезпечує нагрівання та здатна контролювати і підтримувати температуру (900 ± 10) $^{\circ}\text{C}$ всієї наважки і газу, який пропускають через постіль.

6.4 Ваги, здатні зважувати відновлювану трубку в комплекті, включаючи наважку, з точністю до 0,5 г. Ваги повинні мати відповідний пристрій для підвішування або підтримання відновлюваної трубки в комплекті.

6.5 Система подавання газу, здатна до подавання та регулювання швидкостей потоку газу. Між системою газопостачання та відновлюваною трубкою необхідно забезпечити гнучке з'єднання, убезпечуючи відсутність впливу на втрату маси, яку визначають протягом відновлювання.

6.6 Пристрій для зважування, здатний зважувати наважку з точністю до 1 г.

7 УМОВИ ВИПРОБОВУВАННЯ

7.1 Загальні положення

Об'єм та швидкість потоків газів вказано за температури $0\text{ }^{\circ}\text{C}$ й атмосферного тиску 101,325 кПа (1,01325 бар).

7.2 Відновлюваний газ

7.2.1 Склад

Відновлюваний газ повинен складатися з:

CO $30,0\% \pm 1,0\%$ (об'ємна частка);

N₂ $70,0\% \pm 1,0\%$ (об'ємна частка).

7.2.2 Чистота

Домішки у відновлюваному газі не повинні перевищувати:

H₂ $0,2\%$ (об'ємна частка);

CO₂ $0,2\%$ (об'ємна частка);

O₂ $0,1\%$ (об'ємна частка);

H₂O $0,2\%$ (об'ємна частка).

7.2.3 Швидкість потоку

Швидкість потоку відновлюваного газу протягом всього періоду відновлювання треба підтримувати $(15 \pm 0,5)$ дм³/хв.

7.3 Газ, який нагріває та охолоджує

Азот (N₂) використовують як газ, який нагріває та охолоджує. Домішки не повинні перевищувати $0,1\%$ (об'ємна частка).

Швидкість потоку N₂ треба підтримувати $5\text{ дм}^3/\text{хв}$ доки наважка не досягне температури $900\text{ }^{\circ}\text{C}$ і $15\text{ дм}^3/\text{хв}$ до встановлення рівноваги температури.

7.4 Температура наважки

Температуру всієї наважки (900 ± 10) $^{\circ}\text{C}$ треба підтримувати протягом усього періоду відновлювання, відновлюваний газ також попередньо підігрівають перед проходженням через наважку.

8 МЕТОДИКА ВИПРОБОВУВАННЯ

8.1 Кількість визначань для випробовування

Випробовування виконують стільки раз, скільки вимагає методика, наведена у додатку А.

8.2 Хімічні аналізи

Беруть довільно одну з наважок, яку підготовлено відповідно до 5.2, і використовують її для визначання масової частки оксиду заліза(II) (w_1) згідно з ISO 9035 та масової частки загального заліза (w_2) згідно з ISO 2597-1 або ISO 9507.

8.3 Відновлювання

Беруть довільно одну наважку, яку підготовлено відповідно до 5.2, і записують її масу, (m_0). Вміщують її у відновлювальну трубку (6.2) і вирівнюють поверхню.

Верх відновлювальної трубки закривають. Під'єднують термопару, забезпечують, щоб її кінець був у центрі наважки.

Вставляють відновлювальну трубку в піч (6.3) і підвішують або тримають її у центрі під вагами (6.4) за умови, що не буде контактування з піччю або нагрівальними елементами.

Підключають систему подавання газу (6.5).

Пропускають потік N_2 через наважку зі швидкістю 5 dm^3/xv і починають нагрівання. Коли температура наважки досягне 900 °C, збільшують швидкість потоку до 15 dm^3/xv . Продовжують нагрівання, підтримуючи потік N_2 , доки маса наважки не буде постійною і температура не стане постійною (900 ± 10) °C протягом 30 хв.

ЗАСТОРОГА! Оксид вуглецю і відновлюваний газ, що містить оксид вуглецю, — токсичні, а тому — небезпечні. Все випробовування треба виконувати в добре провітрюваному місці або витяжній шафі. Заходи безпеки повинні бути вжиті для убезпечення оператора відповідно до правил техніки безпеки кожної країни.

Записують масу наважки (m_1) і негайно вводять відновлюваний газ зі швидкістю потоку (15 ± 0,5) dm^3/xv для заміни N_2 . Після 180 хв відновлювання записують масу наважки (m_2), вимикають живлення та зупиняють потік відновлюваного газу. Для очищення трубки від відновлюваного газу пропускають через неї N_2 зі швидкістю потоку 5 dm^3/xv від 5 хв або більше.

Примітка 1. Для побудови кривої відновлення необхідно робити записи маси наважки кожні 10 хв протягом першої години, а потім кожні 15 хв протягом останніх 2 год.

Примітка 2. Для кускових руд температуру наважки треба підвищити до 900 °C за більше ніж 60 хв, щоб зменшити їхнє розтріскування.

9 ОПРАЦЬОВУВАННЯ РЕЗУЛЬТАТІВ

9.1 Розраховування завершального ступеня відновлення (R_{180})

Завершальний ступінь відновлення (R_{180}), виражений у відсотках за масою, розраховують за такою формулою²⁾:

$$R_{180} = \left[\frac{m_1 - m_2}{m_0(0,430w_2 - 0,111w_1)} \right] \cdot 10^4 \quad (1)$$

де m_0 — маса наважки, г;

m_1 — маса наважки перед початком відновлювання, г;

m_2 — маса наважки після 180 хв відновлювання, г;

w_1 — масова частка оксиду заліза(II), як відсоток за масою, у наважці до випробовування, яку визначають згідно з ISO 9035, розраховують за масовою часткою заліза(II) множенням його на перетворювальний оксид показник $FeO/Fe(II) = 1,286$;

w_2 — масова частка загального заліза, як відсоток за масою, у наважці до випробовування, яку визначають згідно з ISO 2597-1 або ISO 9507.

Результат розраховують до першого десяткового знака.

9.2 Відтворність і прийнятність результатів випробування

Відповідно до методики, наведеної в додатку А, використовують значення відтворності, наведене в таблиці 1. Результати повинні бути подані з одним десятковим знаком.

²⁾ Виведення формули наведено у додатку В.

Таблиця 1 — Відтворність (r)

Вид залізної руди	r %, абс.
Окати	3,0
Агломерат	5,0
Кускова руда	5,0

10 ПРОТОКОЛ ВИПРОБОВУВАННЯ

Протокол випробовування повинен містити таку інформацію:

- a) посилання на цей стандарт;
- b) усі дані, необхідні для ідентифікування проби;
- c) назву та адресу випробовувальної лабораторії;
- d) дату випробовування;
- e) дату протоколу випробовування;
- f) підпис відповідального за випробовування;
- g) деталі якої-небудь дії чи будь-яких випробовувальних умов, що виникли під час визначання та не встановлені у цьому стандарті, які можуть вплинути на результати;
- h) завершальний ступінь відновлення, (R_{180});
- i) масові частки загального заліза та заліза(II) у наважці перед відновлюванням.

11 ПЕРЕВІРЯННЯ

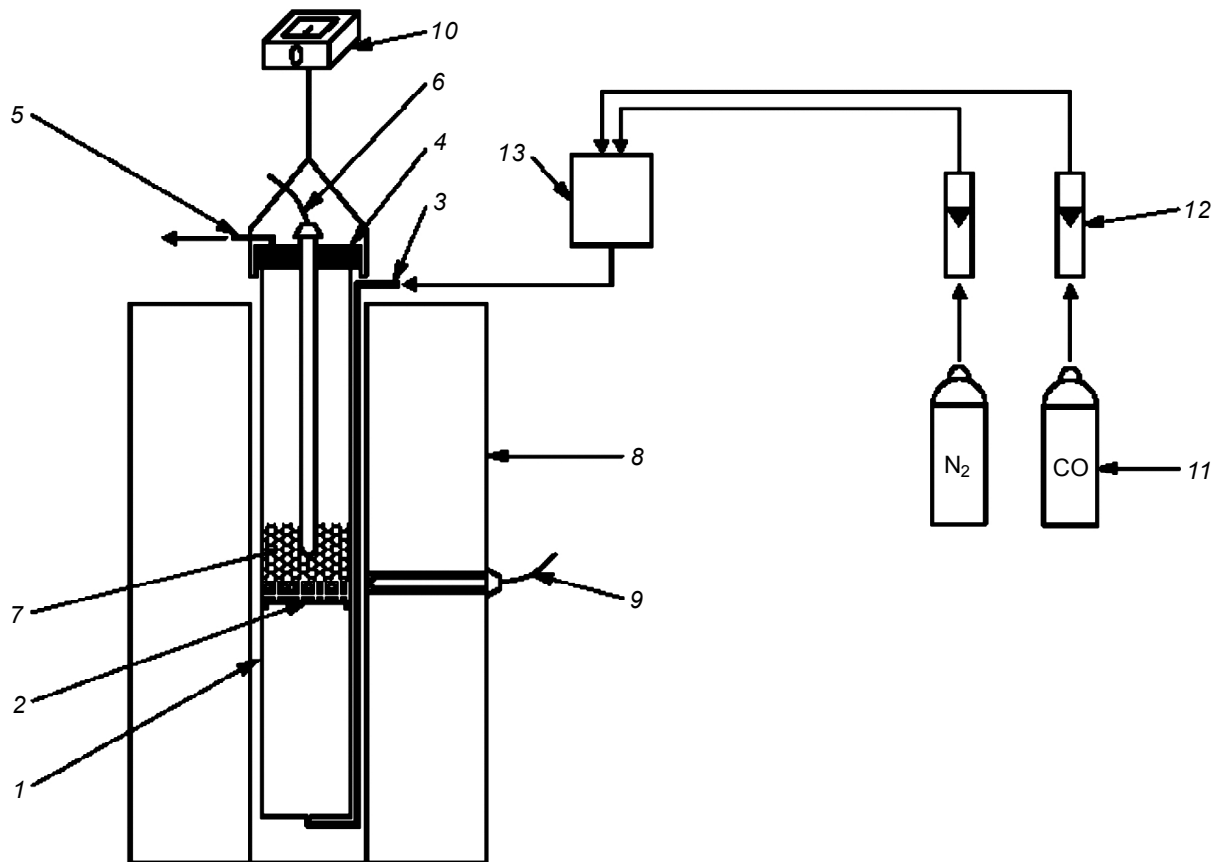
Необхідно регулярно перевіряти обладнання для отримання достовірних результатів випробування. Частоту перевіряння визначає кожна лабораторія.

Перевірянню повинні підлягати:

- пристрій для зважування;
- відновлювальна трубка;
- пристрій для контролювання та вимірювання температури;
- ваги;
- витратоміри газу;
- чистота газів;
- реєструвальна апаратура;
- пристрій контролювання часу.

Рекомендовано мати в наявності внутрішній еталонний матеріал, що готують і використовують періодично для перевіряння відтворності випробовування.

Відповідні записи перевіряння треба зберігати.



Умовні позначки:

Відновлювальна трубка:

1 — стінка відновлювальної трубки;

2 — перфорована пластина;

3 — вхід газу;

4 — кришка;

5 — вихід газу;

6 — термопара для вимірювання температури відновлювання;

7 — наважка.

Піч:

8 — електрична піч;

9 — термопара для регулювання температури печі;

10 — ваги.

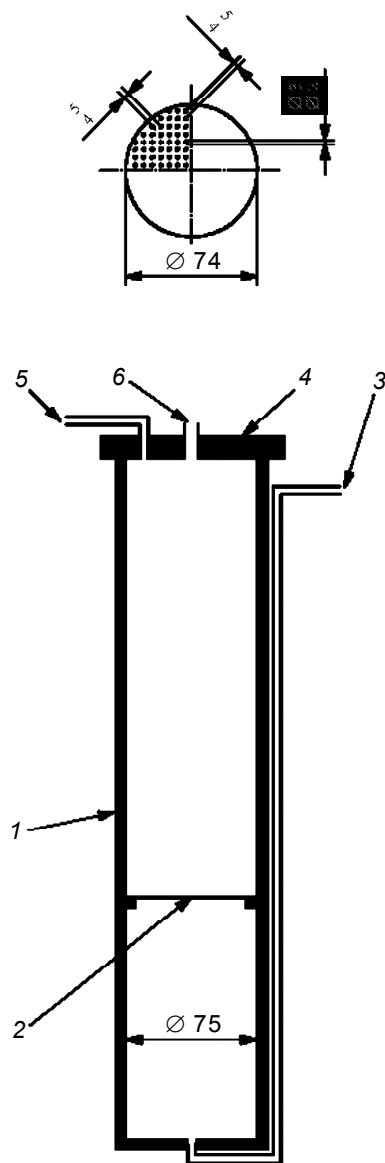
Система подавання газу:

11 — газові балони;

12 — витратоміри газу;

13 — змішувальний резервуар.

Рисунок 1 — Приклад апаратури для випробування (схема)



Умовні позначки:

- 1 — стінка відновлювальної трубки;
- 2 — перфорована пластина;
- 3 — отвір уведення газу;
- 4 — кришка;
- 5 — отвір виходу газу;
- 6 — отвір для встановлювання термопар.

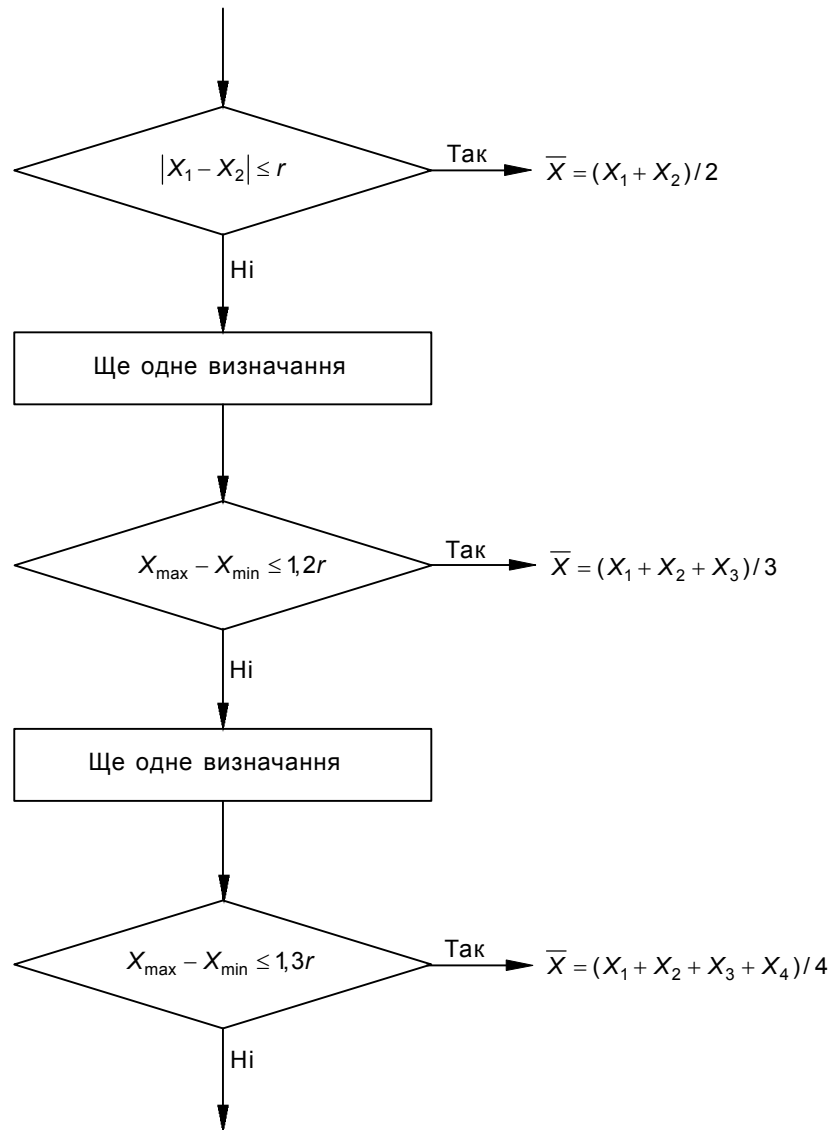
Примітка. Розміри, які не визначено в розділі 6, є довідковими.

Рисунок 2 — Приклад відновлюваної трубки (схема)

ДОДАТОК А
(обов'язковий)

**СХЕМА МЕТОДИКИ ДЛЯ ПРИЙНЯТТЯ
РЕЗУЛЬТАТІВ ВИПРОБУВАНЬ**

Починають із незалежних паралельних результатів



\bar{X} = середнє (X_1, X_2, X_3, X_4) ,

r : див. таблицю 1.

ДОДАТОК В
(довідковий)

ВИВЕДЕННЯ ФОРМУЛИ ЗАВЕРШАЛЬНОГО СТУПЕНЯ ВІДНОВЛЕННЯ

В.1 Основна формула

Формулу для R_f , наведену у 9.1, виведено з основного рівняння:

$$R_f = \frac{m_f}{m_3} \cdot 100, \quad (\text{В.1})$$

де m_f — втрата у масі кисню протягом 180 хв відновлювання, г;
 m_3 — маса кисню, з'єданого із залізом перед відновлюванням, г.

В.2 Виведення робочої формули

Оксидами заліза, що містяться у пробі, є гематит (Fe_2O_3), магнетит (Fe_3O_4) і оксид заліза(II) (FeO). Загальну масу кисню (m_3) у формулі (В.1) можна отримати за масами Fe_2O_3 і FeO у випробній пробі перед відновлюванням. Тому, m_3 одержують за формулою (В.2), після визначання масових часток загального заліза, w_2 , і оксиду заліза(II), w_1 , у випробній пробі відповідно до міжнародних стандартів.

$$m_3 = m_4 + m_5 = m_0 \left(w_3 \frac{3A_{\text{O}}}{2A_{\text{Fe}}} + w_1 \frac{A_{\text{O}}}{M} \right) \cdot \frac{1}{100}, \quad (\text{В.2})$$

де m_4 — маса кисню в Fe_2O_3 , г;
 m_5 — маса кисню в FeO , г;
 m_0 і w_1 — мають такі самі значення, як у 9.1;
 w_3 — масова частка заліза в Fe_2O_3 , виражена у відсотках за масою;
 A_{O} — відносна атомна маса кисню, 16,00;
 A_{Fe} — відносна атомна маса заліза, 55,85;
 M — відносна молекулярна маса оксиду заліза(II), 71,85.
Зауважимо, що:

$$m_f = m_1 - m_2$$

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

де m_1 , m_2 , w_1 і w_2 мають такі самі значення як у 9.1, а підставивши m_3 з формули (В.2) у формулу (В.1), отримаємо кінцевий ступінь відновлення R_f , виражений у відсотках за формулою (В.3):

$$R_f = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100}{m_0 \left[\left(w_2 - \frac{A_{\text{Fe}}}{M} w_1 \right) \frac{3A_{\text{O}}}{2A_{\text{Fe}}} + \frac{A_{\text{O}}}{M} w_1 \right]} \cdot \frac{1}{100} = \quad (\text{В.3})$$

$$= \left\{ \frac{m_1 - m_2}{m_0 \left[\left(w_2 - \frac{55,85}{71,85} w_1 \right) \frac{48,00}{111,70} + \frac{16,00}{71,85} w_1 \right]} \right\} \cdot 10^4 =$$

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

Код УКНД 73.060.10

Ключові слова: відновлювання, відновлюваність, випробовування, індекс, кінцевий ступінь відновлення, наважка, проба, руди залізні, хімічний аналіз.

Редактор **С. Мельниченко**
Технічний редактор **О. Касіч**
Коректор **О. Рождественська**
Верстальник **Т. Шишкіна**

Підписано до друку 24.03.2010. Формат 60 × 84 1/8.
Ум. друк. арк. 1,39. Зам. Ціна договірна.

Виконавець
Державне підприємство «Український науково-дослідний і навчальний центр
проблем стандартизації, сертифікації та якості» (ДП «УкрНДНЦ»)
вул. Святошинська, 2, м. Київ, 03115

Свідоцтво про внесення видавця видавничої продукції до Державного реєстру
видавців, виготівників і розповсюджувачів видавничої продукції від 14.01.2006, серія ДК, № 1647