

HUTNICTWO ŻELAZA I STALI	N O R M A   B R A N Ż O W A	BN-84/0604-14
	Badania fizykochemiczne rud żelaza, ich koncentratów, spióków i grudek. Oznaczanie stopnia pęcznienia grudek w procesie redukcji.	Grupa kat. 0139

### 1. WSTĘP

**1.1. Przedmiot normy.** Przedmiotem normy jest oznaczanie zmian objętości grudek w wyniku ich redukcji za pomocą gazowego reduktora w retorcie do redukcji w określonych warunkach temperaturowych.

**1.2. Zakres stosowania normy.** Metodę oznaczania stopnia pęcznienia stosuje się w odniesieniu do grudek z rud lub koncentratów żelaza, stanowiących składnik wsadu w procesie wielkopiecowym.

**1.3. Zasada metody.** Metoda polega na oznaczeniu swobodnego pęcznienia grudek, tj. pęcznienia każdej indywidualnej grudki bez wzajemnego fizycznego kontaktu z sąsiednimi grudkami, związanego z przebiegającym w grudkach procesem redukcji tlenków żelaza. Ustaloną ilość grudek o określonym wymiarze i znanej objętości umieszcza się w pojemniku próbek zawieszonym w retorcie do redukcji. Optymalnym rozwiązaniem jest zawieszenie pojemnika z próbkami znajdującego się w retorcie do redukcji na wadze. Retorta do redukcji umieszczona jest w piecu elektrycznym, nagrzewającym ją według określonego programu. Grudki redukuje się reduktorem gazowym, a po redukcji chłodzi się je w gazie obojętnym i określa ich masę oraz objętość. Próba składa się z jednego lub pięciu etapów, zależnie od określonego wybranego wskaźnika pęcznienia:

- przy różnych temperaturach redukcji /5 etapów/,
- przy temperaturze redukcji 900°C w czasie 60 min /1 etap/.

W każdym etapie określa się stopień redukcji grudek i stopień pęcznienia, obliczony na podstawie oznaczania objętości próbki przed i po redukcji.

**1.4. Wskaźniki.** Jako wynik próby określa się:

a/ rzeczywisty stopień redukcji - stosunek tlenu usuniętego z próbki w wyniku redukcji przez określony czas w danej temperaturze do tlenu związanego z żelazem w próbce przed redukcją, wyrażony w %.

b/ absolutny stopień redukcji - stosunek ilości tlenu usuniętego z próbki w wyniku redukcji do ilości tlenu, jaką zawierałaby próbka, gdyby całe żelazo występowało w postaci Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

c/ stopień pęcznienia - zmianę objętości grudek w wyniku redukcji przez określony czas w temperaturach 600, 700, 800, 900 i 1000°C,

d/ izotermiczny stopień pęcznienia - zmianę objętości grudek w wyniku redukcji grudek w ciągu 60 min w temperaturze 900°C.

### 2. APARATURA, SPRZĘT I MATERIAŁY

**2.1. Aparatura** powinna składać się z następujących zespołów:

- układu doprowadzającego, oczyszczającego gaz i regulującego natężenie jego przepływu,
- retorty do redukcji wraz z pojemnikiem próbek,
- pieca elektrycznego,
- wagi.

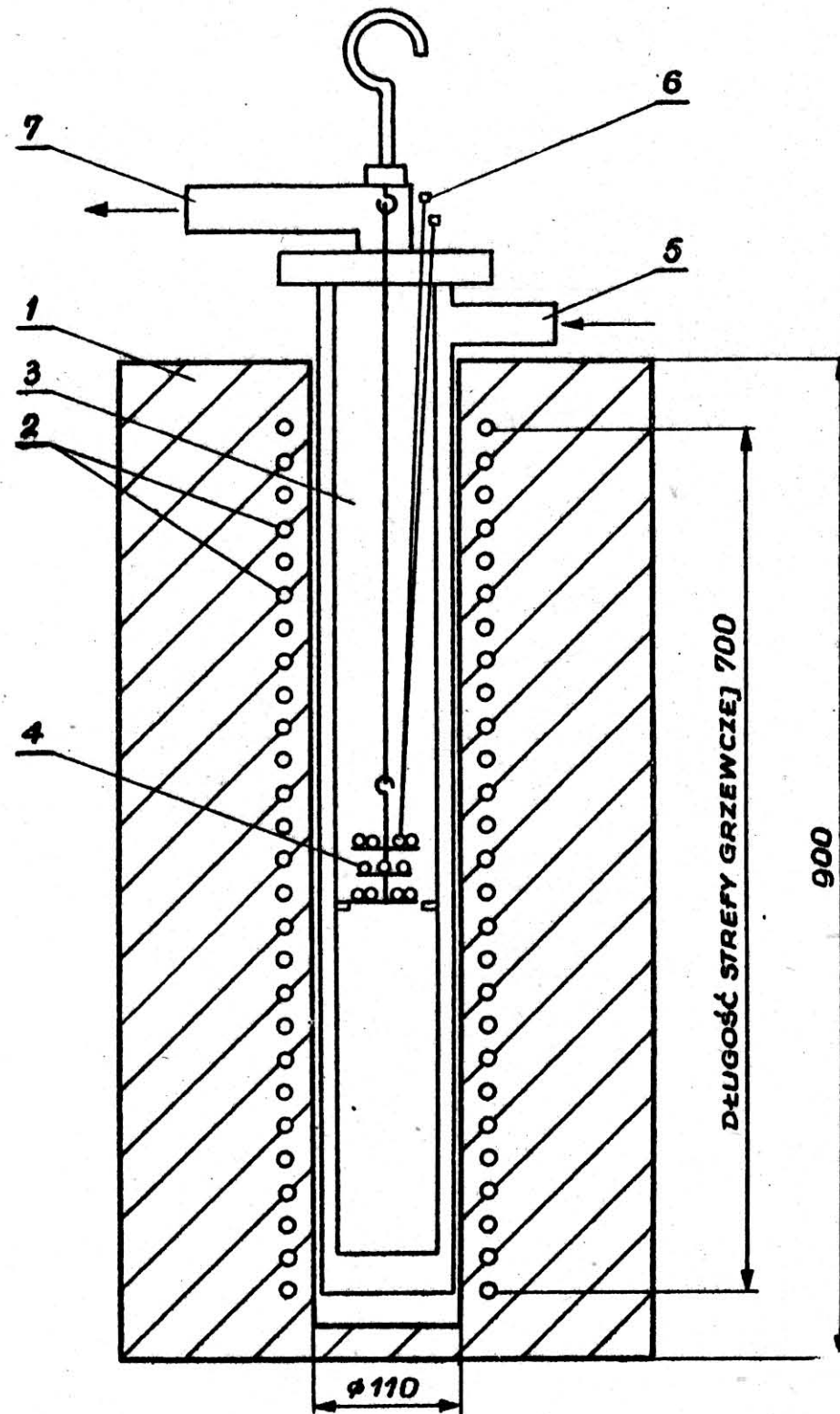
Instytut Metalurgii Żelaza

Ustanowiona Zarządzeniem Dyrektora Instytutu Metalurgii Żelaza nr 20/84

z dnia 20.12.1984 r. jako norma obowiązująca

od dnia 1.01.1986 r.

Rys. 1 przedstawia układ retorty do redukcji wraz z piecem.



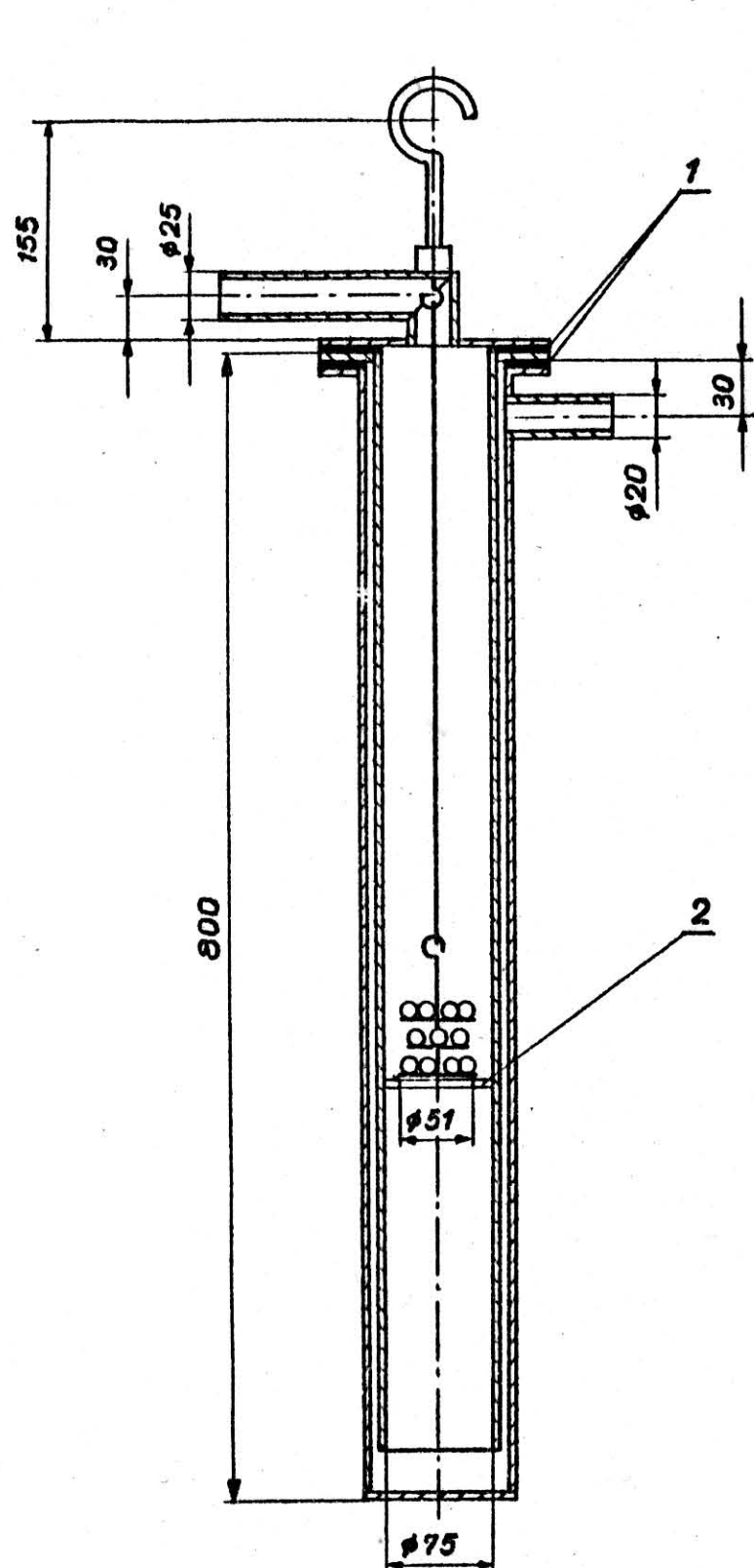
Rys.1 Układ pieca i retorty do redukcji  
 1 - pionowy piec oporowy, 2 - uzwojenie pieca, 3 - retorta, 4 - pojemnik na próbkę grudek, 5 - wlot gazu, 6 - termoelement, 7 - wylot gazu

**2.1.1. Retorta do redukcji.** Retortę do redukcji /rys. 2/ należy wykonać dwuściennej ze stali żaroodpornej, nie tworzącej zgorzeliny i wytrzymałej temperaturę powyżej 1000°C. Wewnętrzna średnica retorty do redukcji powinna wynosić 75 mm.

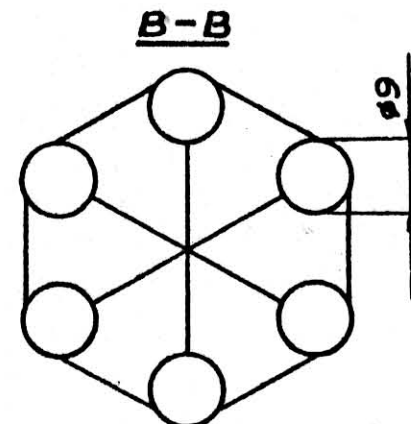
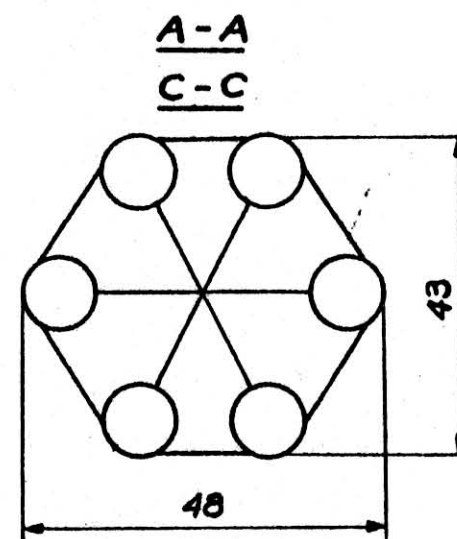
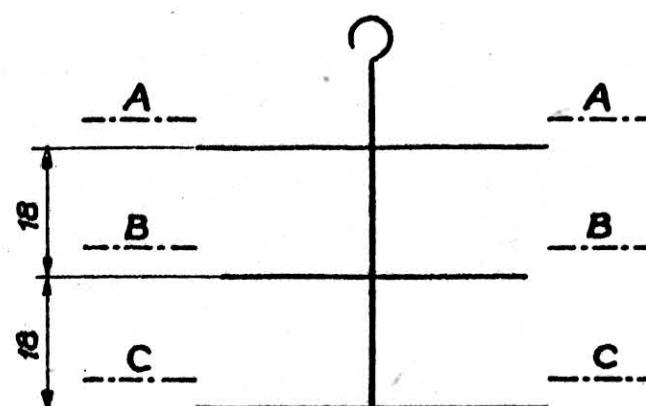
**2.1.2. Pojemnik na próbkę grudek.** Pojemnik na grudki /rys. 3/ należy wykonać z drutu ze stali żaroodpornej /lub stopu/, np. z drutu kantalowego, optymalnie z drutu platynowego. Pojemnik powinien mieścić /w zależności od wybranego oznaczanego stopnia pęcznienia/ 8 grudek na dwóch poziomach lub 18 grudek na trzech poziomach.

**2.1.3. Piec.** Piec elektryczny powinien mieć moc co najmniej 10 kVA i zapewniać utrzymanie danej temperatury próbki i gazu przepływającego przez nią - zależnie od wybranego oznaczania stopnia pęcznienia - z dokładnością  $T \pm 10^{\circ}\text{C}$ .

**2.1.4. Waga.** Waga powinna mieć odpowiednią nośność i czułość równą  $\pm 0,05$  g. Zaleca się dodatkowe wyposażenie wag dla ważenia hydrostatycznego. Czułość wagi powinna być systematycznie kontrolowana.



Rys. 2 Schemat retorty do redukcji  
1 - uszczelnienie, 2 - pierścień odchylający strumień gazu od przepływu przy ścianie retorty



Rys. 3 Schemat pojemnika na próbki

**2.1.5. Sita.** Sita o oczkach kwadratowych o wielkości boku oczka sita 10 mm i 12,5 mm.

**2.1.6. Suszarka elektryczna z termoregulatorem** zapewniająca suszenie próbki przy temperaturze  $105 \pm 5^\circ\text{C}$ .

**2.1.7. Wyposażenie pomiarowo-kontrolne.** Przepływomierze, termometry termoelektryczne, regulatory temperatury, przyrządy rejestrujące temperaturę, płuczki do oczyszczania gazów.

**2.1.8. Wyposażenie pomocnicze.** Pojemniki próbek, łopatki, tacki metalowe, ekeykatory, pędzelki.

**2.1.9. Gazy używane w badaniach.** Do badań należy zapewnić tlenek węgla /CO/ w butlach lub z wytwornicy i azot techniczny /N<sub>2</sub>/ lub inny obojętny gaz w butlach.



### 3. PRZYGOTOWANIE PRÓBKII

**3.1. Ogólno zasady.** Z pobranej zgodnie z normą PN-81/H-04000 lub BN-79/0604-05 próbki ogólnej grudek należy przygotować do badań próbkę o masie 2 kg. Próbkę suszyć przy temperaturze  $105 \pm 5^{\circ}\text{C}$ , dopóty, dopóki kolejne ważenia co 30 min nie wykażą zmian masy mniejszych niż 0,2 g. Z próbki wydzielić przez przesiewanie klasę ziarnową 10+12,5 mm. Z klasy wydzielić porcję ok. 500 g, przeznaczoną do analizy chemicznej na oznaczanie żelaza całkowitego / $\text{Fe}_{\text{całk}}$ /, tlenku żelazawego / $\text{FeO}$ / i jeśli potrzeba - żelaza metalicznego tak, aby można było obliczyć masę tlenu związanego z żelazem w próbce.

Z pozostałej porcji grudek odrzucić wszystkie grudki, wykazujące pęknięcia lub uszkodzenia mechaniczne. Nieuszkodzone grudki stanowią materiał dla oznaczania stopnia pęcznienia, z którego losowo wybiera się wymaganą do oznaczeń - w zależności od wybranego określonego stopnia pęcznienia - ilość grudek.

### 4. WARUNKI BADANIA

**4.1. Gaz redukcyjny.** Gaz użyty do redukcji powinien składać się z  $40 \pm 0,5\%$   $\text{CO}$  i  $60 \pm 0,5\%$   $\text{N}_2$ . Dopuszczalna zawartość zanieczyszczeń w gazie redukcyjnym wynosi:  $0,5\%$   $\text{H}_2$ ,  $0,2\%$   $\text{CO}_2$ ,  $0,1\%$   $\text{O}_2$  i  $0,2\%$   $\text{H}_2\text{O}$ . Gaz powinien być nagrzany do temperatury redukcji.

**4.2. Natężenie przepływu gazu redukcyjnego.** W czasie redukcji natężenie przepływu gazu redukcyjnego powinno wynosić  $15 \text{ dm}^3/\text{min}$ .

**4.3. Temperatura redukcji.** W przypadku oznaczania stopnia pęcznienia warunki temperaturowe redukcji są następujące:

- w ciągu pierwszych 40 min od rozpoczęcia próby temperaturę podnosi się równomiernie do  $600^{\circ}\text{C}$ , w ciągu dalszych 140 min podnosi się równomiernie temperaturę do  $1000^{\circ}\text{C}$ .

W przypadku oznaczania izotermicznego stopnia pęcznienia redukcję próbki przeprowadza się przy temperaturze  $900 \pm 10^{\circ}\text{C}$ .

### 5. PRZEPROWADZENIE OZNACZANIA

**5.1. Oznaczanie stopnia pęcznienia.** Z masy nieuszkodzonych grudek o wielkości  $10 + 12,5$  mm, przeznaczonych do oznaczania stopnia pęcznienia, wybrać losowo 40 grudek i podzielić je na pięć porcji po osiem grudek każda. Każdą porcję oddzielnie /przed oznaczeniem/ wysuszyć do stałej masy przy temperaturze  $105 \pm 5^{\circ}\text{C}$ , zważyć i zarejestrować masę grudek. Określić sumaryczną objętość porcji grudek za pomocą ważenia hydrostatycznego wg normy BN-84/0604-13 lub inną metodą z dokładnością nie mniejszą niż  $0,1 \text{ cm}^3$ . Po określeniu objętości, grudki ponownie wysuszyć do stałej masy przy temperaturze  $105 \pm 5^{\circ}\text{C}$ . Umieścić porcję 8 grudek w pojemniku na grudki na dwóch poziomach /środkowym i dolnym/ po 4 grudki i zawiesić pojemnik w retortie do redukcji. Górną część retorty szczelnie zamknąć. Retortę wprowadzić do pieca i umieścić ją centrycznie tak, aby wewnętrzne ścianki pieca lub elementy grzewcze nie stykały się z retortą. Przyłączyć do retorty przewody doprowadzające gaz redukcyjny i obojętny. Włączyć piec i nagrzewać próbkę ze stałą szybkością tak, aby po 40 min osiągnąć temperaturę  $600^{\circ}\text{C}$ . Przez cały czas nagrzewania podawać do retorty gaz redukcyjny. Po osiągnięciu przez próbkę temperatury  $600^{\circ}\text{C}$  wyłączyć piec, odłączyć dopływ gazu redukcyjnego i chłodzić próbkę w strumieniu gazu obojętnego do temperatury  $200^{\circ}\text{C}$ . Następnie chłodzić próbkę do temperatury otoczenia w powietrzu. Określić masę wychłodzonych grudek i ich objętość. Kolejne próby z porcjami po 8 grudek /przygotowanymi, jak to podano poprzednio/ przeprowadzić przy temperaturach 700, 800, 900 i  $1000^{\circ}\text{C}$ , przy czym czas nagrzewania do  $600^{\circ}\text{C}$  powinien wynieść zawsze 40 min, a następne przyrosty temperatury powinny być osiągnięte z szybkością  $100^{\circ}\text{C}/35 \text{ min}$ , co daje następujące warunki czasowo-temperaturowe dla poszczególnych pięciu oznaczeń:

40 min	-	$600^{\circ}\text{C}$
75 min	-	$700^{\circ}\text{C}$
110 min	-	$800^{\circ}\text{C}$
145 min	-	$900^{\circ}\text{C}$
180 min	-	$1000^{\circ}\text{C}$

Po zakończeniu każdego oznaczenia określić masę i objętość grudek.

**5.2. Oznaczenie izotermicznego stopnia pęcznienia.** Z masy nieuszkodzonych grudek o wielkości  $10 \pm 12,5$  mm, przeznaczonych do oznaczania izotermicznego stopnia pęcznienia, wybrać losowo 2 porcje po 18 grudek, wysuszyć je do stałej masy przy temperaturze  $105 \pm 5^\circ\text{C}$  zważyć, zarejestrować masę i objętość każdej porcji oddzielnie. Objętość oznaczać z dokładnością nie mniejszą niż  $0,1 \text{ cm}^3$ . Po oznaczeniu objętości, grudki powtórnie wysuszyć do stałej masy przy temperaturze  $105 \pm 5^\circ\text{C}$ . Porcję 18 grudek umieścić w pojemniku, po 6 grudek na każdym poziomie. Wprowadzić pojemnik do retorty, a retortę po szczelnym zamknięciu umieścić osiowo w piecu.

Włączyć nagrzewanie pieca, przepuszczając równocześnie przez retortę gaz obojętny o natężeniu przepływu  $10 \text{ dm}^3/\text{min}$ .

Gdy temperatura próbki osiągnie  $900^\circ\text{C}$ , zwiększyć natężenie przepływu gazu obojętnego do  $15 \text{ dm}^3/\text{min}$  i odczekać do ustabilizowania się temperatury próbki na poziomie  $900 \pm 10^\circ\text{C}$ . Zastąpić przepływ gazu obojętnego przepływem gazu redukcyjnego o natężeniu  $15 \text{ dm}^3/\text{min}$ .

Po upływie czasu redukcji 60 min, wyłączyć piec, odłączyć przepływ gazu redukcyjnego, włączyć przepływ gazu obojętnego, w którym chłodzić próbkę do  $200^\circ\text{C}$ . Następnie chłodzić próbkę do temperatury otoczenia w powietrzu. Określić masę zredukowanej próbki grudek i jej objętość.

Oznaczenie należy wykonać dwukrotnie. Jako wynik podaje się średnią arytmetyczną dwóch oznaczeń:

## 6. WYNIKI

**6.1. Obliczanie wyników.** Łącznie ze stopniem pęcznienia oblicza się absolutny i rzeczywisty stopień redukcji.

a/ Stopień pęcznienia ( $\Delta v$ ) i izotermiczny stopień pęcznienia ( $\Delta v_T$ ) w procentach, wylicza się z wzoru:

$$\Delta v (\Delta v_T) = \frac{V_1 - V_0}{V_0} \cdot 100 \quad /1/$$

gdzie:  $V_0$  - objętość grudek przed redukcją,  $\text{cm}^3$ ,  
 $V_1$  - objętość grudek po redukcji,  $\text{cm}^3$ .

b/ Absolutny stopień redukcji  $R_{1\text{abs}}$  w procentach wylicza się z wzoru:

$$R_{1\text{abs}} = \frac{0,111 \cdot \text{FeO} + 0,430 \text{ Fe}_{\text{met}}}{0,430 \text{ Fe}_{\text{całk}}} \cdot 100 \quad /2/$$

gdzie: FeO - zawartość tlenku żelazowego w próbce po redukcji, %  
 $\text{Fe}_{\text{met}}$  - zawartość żelaza metalicznego w próbce po redukcji, %  
 $\text{Fe}_{\text{całk}}$  - całkowita zawartość żelaza w próbce po redukcji, %  
 0,111 - współczynnik przeliczania FeO zawartego w próbce na równoważną ilość tlenu związanego z Fe w postaci  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ .  
 0,430 - współczynnik przeliczania  $\text{Fe}_{\text{całk}}$  zawartego w próbce na równoważną ilość tlenu, potrzebną do utlenienia  $\text{Fe}_{\text{całk}}$  do  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ .

Absolutny stopień redukcji  $R_{2\text{abs}}$  można wyliczyć na podstawie ubytku masy próbki podczas redukcji wg wzoru:

$$R_{2\text{abs}} = \left[ \frac{0,111 \cdot \text{FeO}' + 0,430 \text{ Fe}'_{\text{met}}}{0,430 \text{ Fe}'_{\text{całk}}} + \frac{m' - m}{m' \cdot 0,430 \cdot \text{Fe}'_{\text{całk}}} \cdot 100 \right] \cdot 100 \quad /3/$$

gdzie:  $\text{FeO}'$  - zawartość tlenku żelazowego w próbce przed redukcją, %  
 $\text{Fe}'_{\text{met}}$  - zawartość żelaza metalicznego w próbce przed redukcją, %  
 $\text{Fe}'_{\text{całk}}$  - zawartość żelaza całkowitego w próbce przed redukcją, %  
 $m'$  - masa próbki przed redukcją, g,  
 $m$  - masa próbki po redukcji, g.

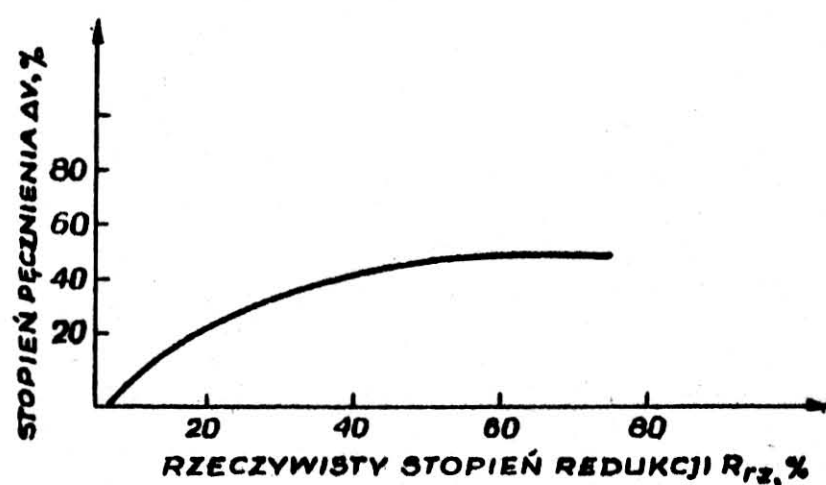
c/ Rzeczywisty stopień redukcji  $R_{rz}$  w procentach wylicza się z wzoru:

$$R_{rz} = \frac{100 - R'_{abs}}{100 - R'_{abs}} \cdot 100 \quad /4/$$

gdzie:  $R'_{abs}$  - absolutny stopień redukcji próbki wyjściowej, który wylicza się z wzoru:

$$R'_{abs} = \frac{0,111 FeO' + 0,430 Fe'_{met}}{0,430 Fe'_{całk}} \cdot 100 \quad /5/$$

Uzyskane wyniki obliczeń zaokrągla się do pierwszego miejsca po przecinku. Zależność stopnia pęcznienia  $\Delta V$  od rzeczywistego stopnia redukcji  $\Delta V = f / R_{rz}$  wyrazić graficznie /przykład - rys. 4/



Rys. 4

Izotermiczny stopień pęcznienia podaje się jako wartość  $\Delta V_I$  przy określonym rzeczywistym stopniu redukcji, np.  $\Delta V_I = 22,4\%$  przy  $R_{rz} = 58,6\%$ .

K O N I E C

#### INFORMACJE DODATKOWE do BN-84/0604-14

1. Instytucja opracowująca normę - Instytut Metalurgii Żelaza, Gliwice

2. Normy związane

PN-81/H-04000	Analiza chemiczna rud żelaza i manganu oraz ich koncentratów spieków i grudek. Pobieranie i przygotowanie próbek do analizy chemicznej i oznaczania wilgotności.
BN-79/0604-05	Badania fizyczne rud żelaza i manganu oraz ich koncentratów spieków i grudek. Pobieranie i przygotowanie próbek do analizy ziarnowej oraz oznaczanie składu ziarnowego.
BN-84/0604-13	Badania własności fizycznych rud żelaza ich koncentratów i grudek. Metody oznaczania gęstości rzeczywistej, objętościowej i nasypowej.

3. Normy międzynarodowe i zagraniczne

RWPG СТСЭВ 4080-83	Окатыши железорудные. Метод определения набухания при восстановлении.
ISO/DP 4698	Iron Ore Pellets - Determination of Relative Free-swelling Index

4. Autorzy projektu - doc. dr inż. Stefan Zieliński, inż. Krytyna Bogdaszewska