

NORMA VENEZOLANA

COVENIN
3813:2003
(ISO 11257:1998)

**MINERALES DE HIERRO
Y PRODUCTOS SIDERÚRGICOS.
DETERMINACIÓN DE LA
DESINTEGRACIÓN Y METALIZACIÓN
DE CARGAS PARA PROCESOS
DE REDUCCIÓN DIRECTA
UTILIZANDO GAS REFORMADO**

(1^{ra} Revisión)



PRÓLOGO

La presente norma es una adopción de la Norma **ISO 11257:1998**, fue considerada de acuerdo a las directrices del Comité Técnico de Normalización **CT7 Materiales Ferrosos**, por el Subcomité Técnico **SC2 Método de ensayo**, a través del convenio para la elaboración de normas suscrito entre **Instituto Venezolano de Siderurgia, IVES** y **FONDONORMA**, siendo aprobada por **FONDONORMA** en la reunión del Consejo Superior **Nº 2003-03** de fecha **26/03/2003**.

En la elaboración de esta norma participaron las siguientes entidades: Ferrominera Orinoco; Siderúrgica del Orinoco, SIDOR; Siderúrgica del Turbio, SIDETUR; OPCO; TOPPCA; Orinoco Iron.

Depósito Legal: If5552003553291
ICS: 73.060.10

**NORMA VENEZOLANA
MINERAL DE HIERRO Y PRODUCTOS
SIDERÚRGICOS. DETERMINACIÓN DE LA
DESINTEGRACIÓN Y METALIZACIÓN DE
CARGAS PARA PROCESOS DE REDUCCIÓN
DIRECTA UTILIZANDO GAS REFORMADO**

**COVENIN
3813:2003
(ISO 11257:1998)**

1 OBJETO

Esta norma especifica un método de ensayo para evaluar el comportamiento de desintegración y metalización, en pellas y mineral calibrado, bajo condiciones que asemejan aquellas que prevalecen en los procesos de reducción directa que utilizan gas reformado, tal como los procesos tipo Midrex.¹

2 REFERENCIAS NORMATIVAS

Las siguientes normas contienen disposiciones que al ser citadas en este texto, constituyen requisitos de esta Norma Venezolana. Las ediciones indicadas estaban en vigencia en el momento de esta publicación. Como toda norma está sujeta a revisión, se recomienda a aquellos que realicen acuerdos con base en ellas, que analicen la conveniencia de usar las ediciones más recientes de las normas citadas seguidamente.

COVENIN 1237:2001 Minerales de hierro y productos siderúrgicos. Determinación de hierro total. Método de reducción con cloruro estannoso y titulación con dicromato de potasio.

COVENIN 2231:2001 (ISO 4701) Minerales de hierro y productos siderúrgicos. Determinación de la distribución de tamaño por tamizado.

COVENIN 3479:2001 Minerales de hierro y productos siderúrgicos. Determinación del contenido de hierro total. Método del cloruro de titanio.

COVENIN 3482-1:1999 Minerales de hierro y productos siderúrgicos. Vocabulario. Parte 1: Terminología para mineral de hierro y reducción directa.

COVENIN 3607:2000 Minerales de hierro y productos siderúrgicos. Ensayo de tamizado. Malla metálica, plato metálico perforado y lámina electroformada. Tamaño nominal de aberturas.

COVENIN 3794:2002 (ISO 10836) Minerales de hierro y productos siderúrgicos. Método de muestreo y preparación de muestras para ensayos físicos.

Se recomienda utilizar las siguientes normas hasta tanto no se aprueben las Normas COVENIN correspondientes:

ISO 3310-1:1990 Test sieves – Technical requirements and testing – Part 1: Test sieves of metal wire cloth.

ISO 9508:1990 Iron ores – Determination of total iron content – Silver reduction titrimetric method.

3 DEFINICIONES

Para los propósitos de esta norma se aplican las definiciones de la norma COVENIN 3482-1 y la siguiente:

¹ Midrex es una marca registrada por Midrex International B.V. Esta información es dada para la conveniencia de los usuarios de esta norma y no constituye un apoyo de la ISO a este proceso nombrado. Métodos equivalentes pueden ser usados si demuestran que conducen a los mismos resultados.

3.1 Reducción-desintegración

Es la degradación de tamaño, que sufren los minerales gruesos o aglomerados, como resultado de los ensayos de reducción que asemejan a las condiciones que prevalecen en los procesos de reducción directa.

4 SÍMBOLOS Y ABREVIATURAS

Los símbolos y abreviaturas utilizados en esta norma, son mostrados en la Tabla 1.

Tabla 1. Símbolos y abreviaturas

Designación	Símbolo	Unidad de medida
Índice de Racinamiento	IRD _{RD}	% (p/p)
Peso de muestra	m	g
Grado de Metalización	Met	% (p/p)

5 RESUMEN DEL ENSAYO

Se realiza una reducción isotérmica, sobre la porción para ensayo, utilizando un tubo giratorio al que entra un gas reductor que consiste de H₂, CO, CO₂ y CH₄, a una temperatura de 760 °C, por 300 minutos.

Para el calentamiento y el enfriamiento se utiliza un gas inerte.

Se utiliza un tamiz de abertura cuadrada de 3,35 mm para la muestra de ensayo.

Se calcula el Índice de Reducción-Desintegración como el porcentaje de masa de material menor a 3,35 mm.

Se calcula el Grado de Metalización a partir de los ensayos químicos sobre el material reducido.

6 APARATOS

Véase Figura 1.

6.1 Sistema de suministro de gas, capaz de suministrar los gases y regular las velocidades de flujo.

6.2 Tubo de Reducción, sin elevadores, fabricado de un metal resistente a la oxidación y al calor, capaz de soportar temperaturas mayores a 760 °C. El diámetro interno del tubo de reducción debe ser de 130 mm ± 1 mm y la longitud interna de 200 mm.

6.3 Horno, con una capacidad de calentamiento y controles suficientes para alcanzar la temperatura del ensayo en 90 min y mantener, la porción de ensayo, en 760 °C ± 5 °C.

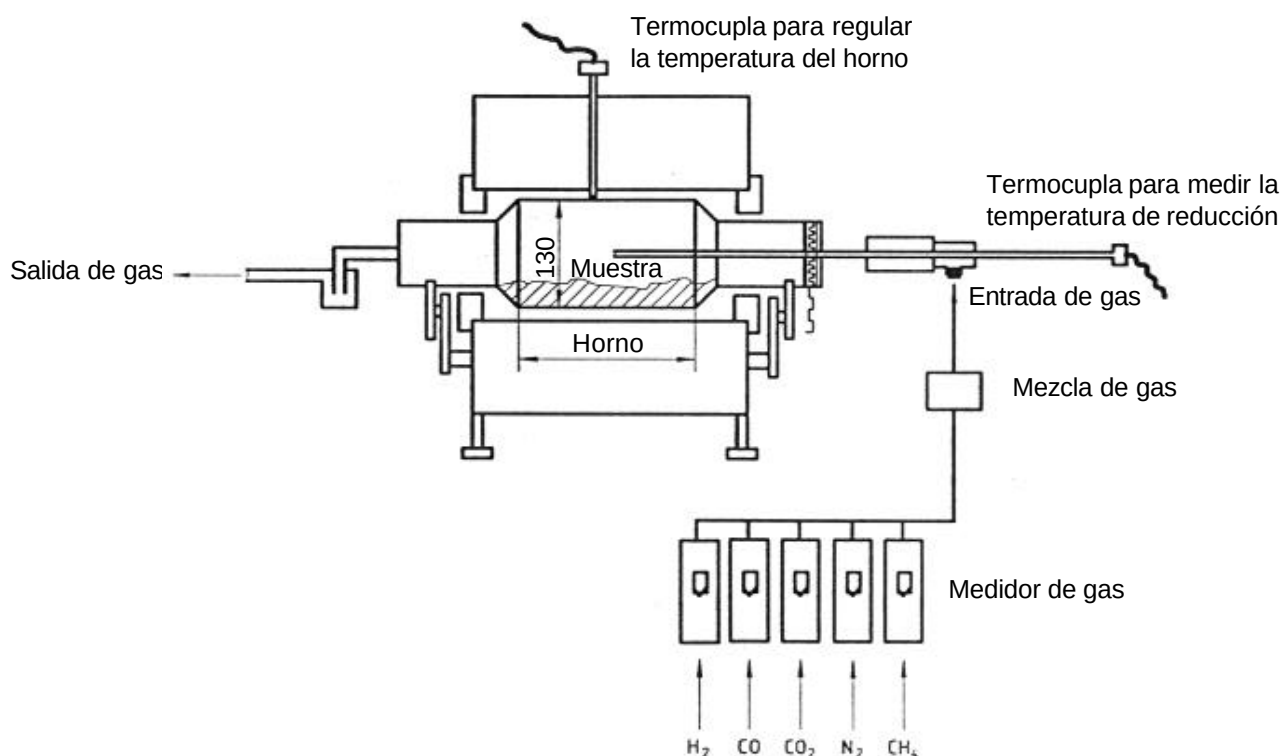
6.4 Equipo de rotación, que permita la rotación, del tubo de reducción, a una velocidad constante de 0,167 s⁻¹ ± 0,017 s⁻¹ (10 rpm ± 1 rpm).

6.5 Colector de polvo, para atrapar cualquier partícula de polvo, que sea arrastrada por la corriente de gas fuera del tubo, durante el ensayo.

6.6 Tamices de ensayo, según la norma ISO 3310-1, y que tengan abertura cuadrada para los siguientes tamaños nominales: 19,0 mm; 16,0 mm; 12,5 mm; 9,5 mm y 3,35 mm.

6.7 Balanza, capaz de pesar la porción de ensayo y el material reducido, con una resolución de 0,1 g o menos.

Dimensiones en milímetros



7 CONDICIONES DE ENSAYO

7.1 General

Los volúmenes y velocidades de flujo, de los gases usados en esta norma, están medidos a una temperatura de 0 °C y una presión de 1 atmósfera (1 atm = 101,325 kPa).

7.2 Composición del gas reductor

El gas reductor debe consistir de los siguiente:

H ₂	55 % ± 1 % (V/V)
CO	36 % ± 1 % (V/V)
CO ₂	5 % ± 1 % (V/V)
CH ₄	4 % ± 1 % (V/V)

7.3 Pureza del gas reductor

Las impurezas en el gas reductor no deben exceder lo siguiente:

O ₂	0,1 % (V/V)
H ₂ O	0,2 % (V/V)

7.4 Velocidad de flujo del gas reductor

La velocidad de flujo del gas reductor, durante el periodo de reducción, debe mantenerse en 13 l/min ± 0,5 l/min.

COVENIN 3813:2003**7.5 Pureza del gas de calentamiento y del gas de enfriamiento**

Las impurezas en el nitrógeno no deben exceder el 0,1 % (V/V).

7.6 Temperatura del ensayo

El gas reductor debe ser precalentado mientras entra al tubo de reducción, para mantener la temperatura dentro del tubo y en toda la porción de muestra, a $760\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$, durante todo el periodo de reducción.

8 MUESTREO Y PREPARACIÓN DE LA MUESTRA

El muestreo y la preparación de la muestra de ensayo debe realizarse según la Norma COVENIN 3794(ISO 10836).

La muestra de ensayo debe ser secada a $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$, y enfriada hasta temperatura ambiente, antes de la preparación de las porciones de ensayo.

Deben prepararse al menos seis porciones de ensayo, cada una de aproximadamente 500 g.

Se debe recolectar cada porción de ensayo tomando partículas de mineral al azar. La masa tomada para la porción de ensayo debe ser lo más próximo a 500 g.

El rango de tamaño para las pellas debe estar entre 9,5 mm y 16,0 mm, estando el 50 % entre 9,5 mm y 12,5 mm y el otro 50 % entre 12,5 mm y 16,0 mm.

El rango de tamaño para mineral calibrado debe estar entre 9,5 mm y 19,0 mm, estando el 50 % de la masa entre 9,5 mm y 16,0 mm y el otro 50 % entre 16,0 mm y 19,0 mm.

9 PROCEDIMIENTO**9.1 Porción de ensayo**

Se elige al azar una de las porciones de ensayo preparadas según el punto 8.

9.2 Reducción

Se coloca la porción de ensayo en el tubo de reducción y se cierra. Luego se conecta el sistema de suministro de gas, y se inserta el tubo de reducción en el horno.

Se pasa un flujo de nitrógeno a través del tubo de reducción, a una velocidad de flujo de 10 l/min.

Por medio del equipo de rotación, se debe iniciar la rotación del tubo de reducción a $0,167\text{ s}^{-1}$ (10 rpm) e inmediatamente comenzar el calentamiento. La velocidad de calentamiento debe ser suficiente para que la porción de ensayo alcance los $760\text{ }^{\circ}\text{C}$ en 90 min. Se debe incrementar la velocidad de flujo a 13 l/min cuando la temperatura de la porción de ensayo se aproxime a los $760\text{ }^{\circ}\text{C}$ y continuar el calentamiento por espacio de 30 min.

PRECAUCION: El hidrógeno, el monóxido de carbono, el gas reductor y el gas de desecho, los cuales contienen hidrógeno y monóxido de carbono, son tóxicos y por lo tanto peligrosos. Durante el proceso de reducción, el ensayo debe realizarse en áreas bien ventiladas o bajo campanas extractoras. Las precauciones, de acuerdo con las regulaciones locales o nacionales, deben ser tomadas en cuenta, para la seguridad del personal e instalaciones.

Se reemplaza el nitrógeno por el gas reductor, a una velocidad de flujo de 13 l/min. Se mantiene la reducción por espacio de 300 min.

Al finalizar los 300 min de reducción, se detiene la rotación, y se apaga el equipo. Luego se reemplaza el gas reductor por nitrógeno, a una velocidad de flujo de 10 l/min, y se enfría la porción de ensayo reducida hasta temperatura ambiente.

Se retira la porción de ensayo cuidadosamente del tubo de reducción, disgregando si es necesario, para remover cualquier material adherido al interior del tubo y separar cualquier carbón libre depositado durante la reducción (puede utilizarse un imán).

Se determina la masa de la porción de ensayo reducida y se tamiza manualmente a través de los tamices de 9,5 mm y 3,35 mm, de acuerdo con la norma COVENIN 2231. Se determina y se registra, lo mas cercano al 0,1 g, la masa de cada fracción. El peso seco del polvo atrapado en el colector de polvo y el material perdido durante el tamizado debe ser considerado como parte de la fracción menor a 3,35 mm.

NOTA: Se puede usar un tamizado mecánico si se demuestra que resultados de ensayo preliminares dan resultados similares al tamizado manual, dentro de la tolerancia permisible del 2 % absoluto.

Se pulveriza toda la porción de ensayo reducida y se determina su contenido de hierro total, de acuerdo con las normas COVENIN 1237, 3479 o ISO 9508, y el contenido de hierro metálico, de acuerdo con la norma COVENIN 1245.

NOTA: Si se desea, el porcentaje de carbón, de la porción de ensayo reducida, puede ser determinado aplicando la Norma COVENIN 3403.

10 EXPRESIÓN DE LOS RESULTADOS

10.1 Índice de reducción-desintegración (IRD_{RD})

El Índice de reducción-desintegración (IRD_{RD}), como porcentaje, se determina por la siguiente formula:

$$IRD_{RD} = \frac{m_0 - (m_1 + m_2)}{m_0} \times 100$$

donde

- m_0 es la masa, en gramos, de la porción de ensayo reducida tamizada (incluyendo el material atrapado por el colector de polvo).
- m_1 es la masa de la porción de ensayo reducida retenida en el tamiz de 9,5 mm; expresada en gramos.
- m_2 es la masa de la porción de ensayo reducida retenida en el tamiz de 3,35 mm, expresada en gramos.

10.2 Grado de metalización (Met)

El grado de metalización Met , es calculado por la siguiente formula:

$$Met = \frac{Fe^o}{FeT} \times 100$$

donde

- Fe^o es el contenido de hierro metálico, expresado como porcentaje de masa, de la porción de ensayo reducida;
- FeT es el contenido de hierro total, expresado como porcentaje de masa, de la porción de ensayo reducida.

El resultado debe ser expresado con una cifra decimal.

11 INFORME

El reporte de ensayo debe incluir como mínimo la siguiente información:

- a) Referencia a la Norma COVENIN 3813;
- b) Identificación de la muestra;
- c) Nombre del analista que realizó el ensayo;

COVENIN 3813:2003

- d) Fecha de emisión del reporte de ensayo;
- e) Grado de metalización e Índice de reducción-desintegración;
- f) Condiciones del tamizado, ejemplo, método y tiempo de tamizado;
- g) Cualquier operación o condición del ensayo no especificada en esta Norma o considerada como opcional, lo cual puede haber tenido influencia en los resultados de ensayo.

12 VERIFICACIÓN

El chequeo regular de los aparatos y procedimientos es esencial para verificar los resultados del ensayo. Los chequeos deben ser realizados a intervalos regulares. La frecuencia del chequeo es determinada por cada laboratorio. Los siguientes puntos deben ser chequeados:

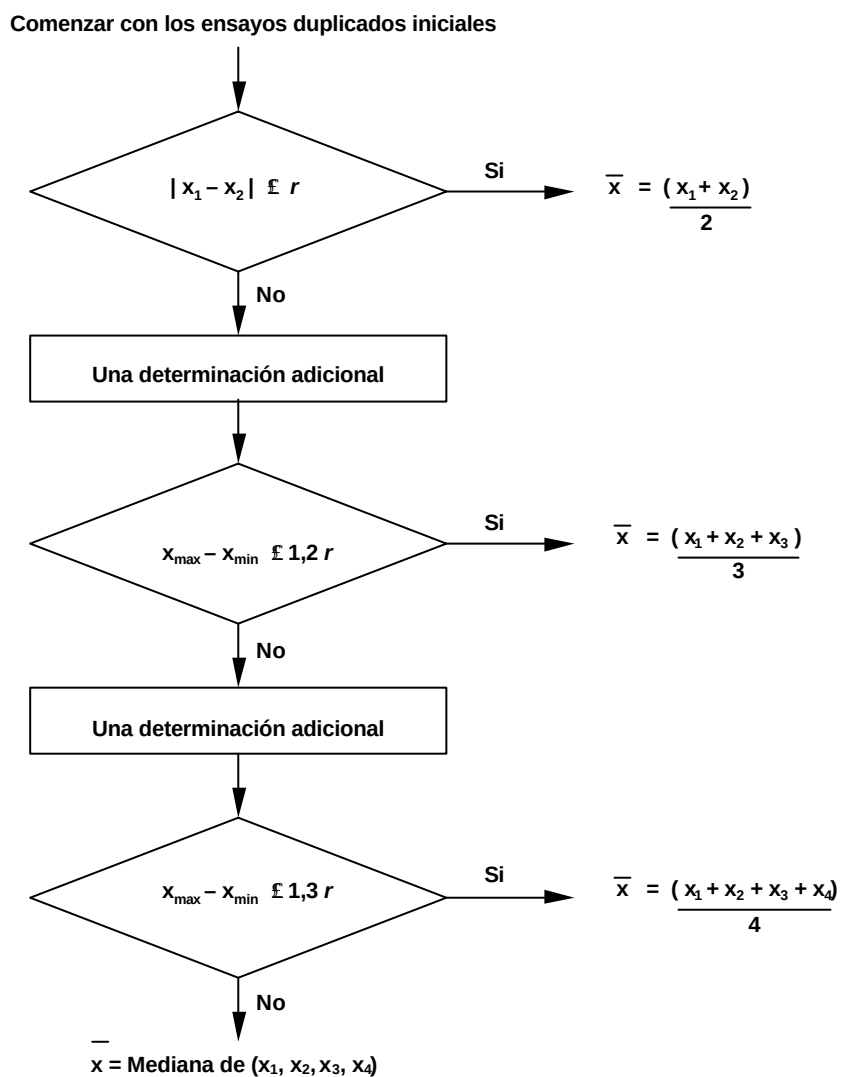
- a) Preparación de la muestra de ensayo:
 - 1) Tamices;
 - 2) Balanza.
- b) Ensayo de Reducción:
 - 1) Condiciones del tubo de reducción;
 - 2) Velocidad de rotación;
 - 3) Nivel de temperatura y distribución sobre la porción de ensayo;
 - 4) Composición del gas;
 - 5) Velocidad de flujo del gas;
 - 6) Tiempo;
 - 7) Sistema de registro.
- c) Evaluación del ensayo:
 - 1) Balanza;
 - 2) Tamices.

Es recomendable que sean preparados Materiales de Referencia Secundarios y sean usados periódicamente. Los registros apropiados de las actividades de verificación deben ser mantenidos.

Anexo A

(Informativo)

Flujograma del procedimiento para la aceptación de los resultados de ensayo



NOTA: Aquí x significa tanto IRD_{RD} como *Met*, dependiendo del resultado de ensayo bajo chequeo.

**COVENIN
3813:2003**

**CATEGORÍA
C**

FONDONORMA
Av. Andrés Bello Edif. Torre Fondo Común Pisos 11 y 12
Telf. 575.41.11 Fax: 574.13.12
CARACAS

publicación de: 
FONDONORMA

Depósito Legal: If5552003553291
ICS: 73.060.10

RESERVADOS TODOS LOS DERECHOS
Prohibida la reproducción total o parcial, por cualquier medio.

Descriptores: Mineral de hierro, mineral metalífero, desintegración, hierro total, hierro metálico, reducción, tamiz, ensayo.