
Norme internationale



4534

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION • МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ • ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

Émaux vitrifiés — Détermination du comportement de fluidité — Essai d'écoulement

Vitreous and porcelain enamels — Determination of fluidity behaviour — Fusion flow test

Première édition — 1980-12-01

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 4534:1980](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7bbeea33-08f0-4d16-be0b-266d7a0b1036/iso-4534-1980>

CDU 666.29 : 620.198 : 536.42

Réf. n° : ISO 4534-1980 (F)

Descripteurs : émail, émail de porcelaine, émail vitrifié, essai, écoulement plastique, viscosité, matériel d'essai.

Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique correspondant. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO, participent également aux travaux.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes internationales par le Conseil de l'ISO.

La Norme internationale ISO 4534 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 107, *Revêtements métalliques et autres revêtements non organiques*, et a été soumise aux comités membres en décembre 1978.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée : [ISO 4534:1980](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7bbea33-08f0-4d16-be0b-266d7a0b1036/iso-4534-1980)
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7bbea33-08f0-4d16-be0b-266d7a0b1036/iso-4534-1980>

Afrique du Sud, Rép. d'	Israël	Roumanie
Allemagne, R.F.	Italie	Suisse
Australie	Japon	Tchécoslovaquie
Hongrie	Pays-Bas	Turquie
Inde	Pologne	USA

Les comités membres des pays suivants l'ont désapprouvée pour des raisons techniques :

France
Royaume-Uni

Émaux vitrifiés — Détermination du comportement de fluidité — Essai d'écoulement

0 Introduction

L'essai d'écoulement décrit dans la présente Norme internationale est une méthode de comparaison qui peut se réaliser avec un matériau simplifié, et qui fournit des renseignements sur la fluidité de l'émail fondu. Les résultats de cet essai permettent de tirer des conclusions sur l'émaillage d'une manière beaucoup plus simple que ne le permettent les résultats des mesurages beaucoup plus coûteux réalisés à l'aide des instruments habituels de mesurage de la viscosité.

Les mesurages des essais complets¹⁾ ont montré qu'il existe une relation précise entre les résultats de l'essai d'écoulement et la courbe de température-viscosité, de sorte que l'essai d'écoulement pourrait également servir de méthode absolue. Cependant, il nécessiterait plus d'efforts de la part des laboratoires pour obtenir des résultats comparables et de qualité similaire à ceux qu'ils obtiendraient en utilisant la méthode à des fins de comparaison.

Si l'on utilise cette méthode, l'émail de référence (de comparaison) doit être similaire à l'émail à essayer, le comportement de fluidité des différents émaux pouvant varier considérablement d'un type à un autre.

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode comparative de détermination du comportement de fluidité de l'émail vitrifié à l'état visqueux pendant la cuisson. Elle n'est pas destinée à servir de méthode absolue.

Elle est applicable aux émaux fusionnés, mais non aux émaux frittés.

2 Principe

Broyage d'échantillons pour essai par voie sèche ou par voie humide selon les conditions de fabrication. Préparation d'éprouvettes cylindriques de masse spécifiée par compression de la poudre d'émail ou de la barbotine d'émail séchée et de l'émail de référence convenu.

Introduire des éprouvettes dans un four de laboratoire, à la température convenue, sur une plaque de céramique non émaillée, en position horizontale, et fusion jusqu'à l'obtention d'une forme hémisphérique. Inclinaison de la plaque pour permettre à l'émail de s'écouler selon un angle de 45°, durant une période convenue.

Calcul de l'indice de fluidité en longueur, F_l , et de l'indice de fluidité en largeur, F_b , à partir de la longueur et de la largeur d'écoulement des éprouvettes.

3 Matériaux et appareillage

3.1 Émail de référence, choisi par convention, ayant un comportement de fluidité analogue à celui de l'émail à essayer.

3.2 Broyeur à billes.

3.3 Dispositif de séchage, par exemple étuve, plaque chauffante, bain de sable.

3.4 Mortier.

3.5 Pilon.

3.6 Balance, précise à 0,01 g.

3.7 Presse, développant une pression d'au moins 5 N/mm² (5 MPa), et **moule**, de 8 mm de diamètre intérieur, pour la préparation des éprouvettes.

3.8 Plaque d'écoulement, constituée par un carreau carré de céramique fine et homogène, lisse et non émaillée, de 75 mm de côté et de 5 à 6 mm d'épaisseur, précuite à une température d'au moins 1 100 °C. Elle doit avoir une absorption d'eau d'au plus 25 % à la pression atmosphérique. Les plaques d'écoulement peuvent également être découpées dans une plaque plus grande (voir chapitre A.1).

1) Dekker, P. «Calculation of viscosity-temperature curves for porcelain enamels from the flow button test.» *Journal of the American Ceramic Society* **48** (1965), n° 6, pp. 319-327.

3.9 Cadre basculant, (voir figures 1 et 2), permettant de placer une plaque d'écoulement à l'intérieur d'un four de laboratoire, en position horizontale, puis de l'incliner à 45°.

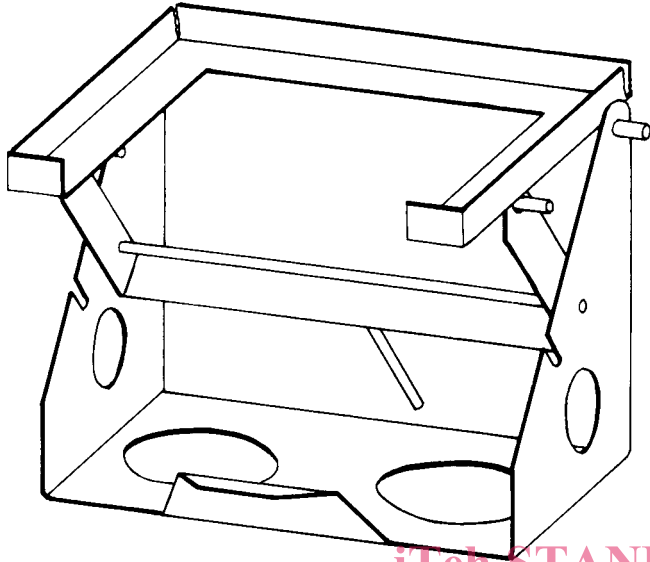


Figure 1 — Exemple de cadre basculant, réglé pour maintenir la plaque d'écoulement en position horizontale

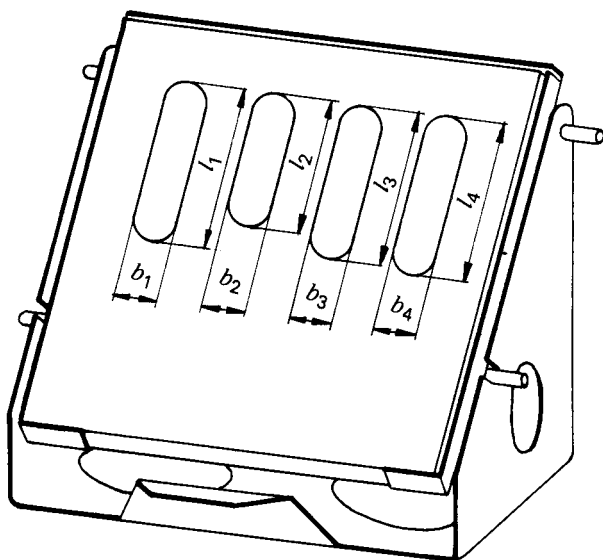


Figure 2 — Cadre basculant avec plaque d'écoulement et quatre éprouvettes inclinées à 45°

NOTE — l_1, l_2, l_3 et l_4 sont les longueurs d'écoulement des quatre éprouvettes; b_1, b_2, b_3 et b_4 sont leurs largeurs maximales d'écoulement (voir chapitre 6).

3.10 Four de laboratoire à chauffage électrique, permettant de maintenir constantes, à 10 °C près, des températures allant jusqu'à 900 °C.

3.11 Chronomètre.

4 Éprouvettes

4.1 Préparation de l'émail

L'échantillon peut être en poudre ou broyé séparément dans le broyeur à billes (3.2). Les adjuvants et la finesse du broyage dépendent des conditions de fabrication. Dans certains cas spéciaux, il faut tenir compte de la granulométrie complète.

Les émaux broyés par voie humide doivent être séchés par évaporation dans une capsule d'évaporation. Après refroidissement, l'émail séché doit être décollé et pulvérisé de nouveau à l'aide du pilon (3.5) dans le mortier (3.4).

NOTES

1 On peut, après accord, supprimer les adjuvants de broyage qui sont complètement ou partiellement solubles dans l'eau et sont utilisés uniquement en tant qu'agent de formation.

2 Si seule la fluidité des frittés est à déterminer, ils devraient être broyés par voie sèche.

4.2 Préparation des éprouvettes

Mettre une goutte d'eau dans le moule vide (voir 3.7), ajouter $1 \pm 0,01$ g de l'émail préparé conformément aux prescriptions de 4.1 et ensuite une autre goutte d'eau (voir chapitre A.2). Comprimer immédiatement l'éprouvette sous une pression d'au moins 5 N/mm² (5 MPa).

4.3 Nombre d'éprouvettes

Pour chaque essai d'écoulement, un nombre convenu d'éprouvettes de l'émail à essayer et une éprouvette de l'émail de référence doivent être utilisées (voir chapitre 5).

4.4 Nombre d'essais

Pour chaque détermination, au moins deux essais avec chaque série d'éprouvettes doivent être effectués.

5 Mode opératoire

Placer le nombre convenu d'éprouvettes de l'émail à essayer et une éprouvette de l'émail de référence sur la plaque d'écoulement (3.8), sur la surface support (voir figure 3). Pendant les divers essais d'écoulement, intervertir les positions respectives des éprouvettes de l'émail à essayer et de l'émail de référence (voir chapitre A.3).

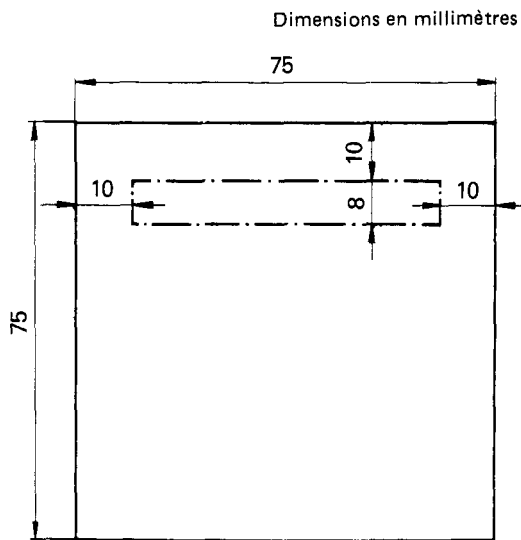


Figure 3 — Surface support des échantillons sur la plaque d'écoulement

Déterminer, par un ou plusieurs essais préliminaires, la période de mise en température, c'est-à-dire le temps nécessaire, compté à partir du moment où l'on introduit la plaque dans le four de laboratoire (3.10), réglé à la température convenue pour l'émail en essai, pour que l'éprouvette de l'émail de référence devienne suffisamment molle pour former à peu près un hémisphère.

Au moins 30 min après la préparation des échantillons, introduire soigneusement la plaque d'écoulement dans le four de laboratoire, en position horizontale sur le cadre basculant (3.9), et, à la fin de la période de mise en température, l'incliner de 45° (voir chapitre A.3).

À la fin de la période d'écoulement, c'est-à-dire la période convenue durant laquelle on laisse s'écouler l'émail, retirer la plaque d'écoulement du four.

Mesurer les longueur d'écoulement et les largeurs maximales d'écoulement des échantillons (voir figure 2), et les exprimer en millimètres.

6 Expression des résultats

Calculer les indices de fluidité en longueur et en largeur, F_l et F_b , au moyen des formules suivantes :

a) indice de fluidité en longueur :

$$F_l = \frac{l_t}{l_r}$$

où

l_t est la longueur d'écoulement de l'émail essayé,

l_r est la longueur d'écoulement de l'émail de référence;

b) indice de fluidité en largeur :

$$F_b = \frac{b_t}{b_r}$$

où

b_t est la largeur maximale d'écoulement de l'émail essayé,

b_r est la largeur maximale d'écoulement de l'émail de référence.

Si plusieurs échantillons ont été utilisés, prendre, pour les calculs, la moyenne des longueurs d'écoulement et la moyenne des largeurs maximales d'écoulement.

7 Procès-verbal d'essai

Le procès verbal d'essai doit contenir les indications suivantes :

- a) désignation de l'émail essayé et de l'émail de référence;
- b) température du four de laboratoire;
- c) période de mise en température;
- d) période d'écoulement;
- e) nombre d'échantillons utilisés pour l'essai;
- f) nombre d'essais;
- g) indice de fluidité en longueur, F_l , et l'indice de fluidité en largeur, F_b , aussi bien leurs valeurs individuelles que leurs moyennes arithmétiques;
- h) date de l'essai.

Annexe

Informations supplémentaires

A.1 Plaques d'écoulement (3.8)

Les carreaux de céramique non émaillés ont démontré leur valeur en tant que plaques d'écoulement. Ils servent aussi bien pour l'émail au poudré (émaillage par voie sèche), l'émail liquide pour fonte, que pour les émaux pour tôles d'acier.

Ils sont moins coûteux que les plaques faites à partir d'une pièce moulée ou d'une tôle qui doivent, en premier lieu, être recouvertes d'un émail de masse assorti à l'émail à essayer. L'émail de masse des tôles et des pièces moulées serait nécessairement ramené à l'état fondu pendant l'essai d'écoulement et pourrait influencer par là sur l'écoulement de l'éprouvette. Autres facteurs négatifs : pendant le réchauffage de l'émail de masse préalablement cuit, des réactions pourraient intervenir entre l'émail de masse et l'éprouvette.

Les nacelles en porcelaine sont plus coûteuses que les carreaux de céramique non émaillés, et leurs parois latérales gênent l'étalement libre latéral de l'émail; cette largeur d'écoulement fournit une indication sur la mouillabilité de l'émail par rapport à la céramique de base utilisée pour l'émaillage.

A.2 Masse d'échantillon pour essai à utiliser pour le moulage (voir 4.2)

Une masse donnée ($1 \pm 0,01$ g) a été spécifiée pour les éprou-

vettes; sinon, il faudrait tenir compte de la masse volumique et de la finesse de broyage de l'émail.

A.3 Mode opératoire (chapitre 5)

Lors de l'essai pour chaque jeu d'éprouvettes, les positions de l'éprouvette proprement dite et de l'éprouvette de référence, sur la plaque d'écoulement, sont interverties afin d'éliminer l'influence des gradients de température éventuellement présents dans le four.

Le début de la période d'écoulement doit intervenir lorsque l'éprouvette de référence a atteint à peu près une forme hémisphérique. Si l'éprouvette a dépassé la forme hémisphérique avant inclinaison, c'est-à-dire si l'éprouvette s'étale trop, elle se rassemblera de nouveau pendant le processus d'écoulement et ira en s'amincissant du sommet au fond. Si l'éprouvette n'a pas atteint la forme hémisphérique, elle roulera en réalité le long de la plaque d'écoulement au lieu de s'écouler. Si la plaque d'écoulement est inclinée alors que l'éprouvette est encore cylindrique, des résultats parfaits ne pourront être escomptés car les processus de frittage et de fusion, se déroulant à l'intérieur de l'éprouvette, ne permettent pas de garantir un écoulement reproductible.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4534:1980

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7bbeea33-08f0-4d16-be0b-266d7a0b1036/iso-4534-1980>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4534:1980

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7bbea33-08f0-4d16-be0b-266d7a0b1036/iso-4534-1980>