

NORME  
INTERNATIONALE

**ISO**  
**4698**

Première édition  
1994-02-01

---

---

**Boulettes de minerais de fer —  
Détermination de l'indice relatif de  
gonflement libre**

**iTeh STANDARD PREVIEW**

**(standards.iteh.ai)**  
*(Iron ore pellets — Determination of relative free-swelling index)*

ISO 4698:1994

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c407ce4d-44db-42cc-9478-472d516646e4/iso-4698-1994>



Numéro de référence  
ISO 4698:1994(F)

## 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 en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 4698 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 102, *Minerais de fer*, sous-comité SC 3, *Essais physiques*.

Les annexes A et B font partie intégrante de la présente Norme internationale.

ITEH STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 4698:1994  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c0100000-44db-42cc-9478-472d516646e4/iso-4698-1994>

© ISO 1994

Droits de reproduction réservés. Aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

Organisation internationale de normalisation  
Case Postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse

Imprimé en Suisse

## Introduction

La méthode de détermination de l'indice relatif de gonflement libre est l'une des différentes techniques utilisées pour évaluer le comportement des minerais de fer en boulettes dans des conditions spécifiques. Les conditions spécifiques impliquées dans le présent essai sont:

la réduction isotherme, à l'état sans contrainte, avec utilisation d'un gaz réducteur;

un échantillon dans une tranche granulométrique spécifique.

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO 4698:1994](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c407ce4d-44db-42cc-9478-472d516646e4/iso-4698-1994>

Page blanche

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 4698:1994

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c407ce4d-44db-42cc-9478-472d516646e4/iso-4698-1994>

# Boulettes de minerais de fer — Détermination de l'indice relatif de gonflement libre

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode de détermination de l'indice relatif de gonflement libre à l'état sans contrainte des minerais de fer en boulettes.

## 2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 3081:1986, *Minerais de fer — Échantillonnage par prélèvements — Méthode manuelle.*

ISO 3082:1987, *Minerais de fer — Échantillonnage par prélèvements et préparation des échantillons — Méthode mécanique.*

ISO 3083:1986, *Minerais de fer — Préparation des échantillons — Méthode manuelle.*

ISO 3310-1:1990, *Tamis de contrôle — Exigences techniques et vérifications — Partie 1: Tamis de contrôle en tissus métalliques.*

## 3 Définitions

Pour les besoins de la présente Norme internationale, les définitions suivantes s'appliquent.

**3.1 gonflement libre:** Augmentation de volume des boulettes de minerai de fer pendant le processus de réduction dans des conditions sans contrainte.

**3.2 essai de gonflement libre:** Détermination de l'augmentation sans contrainte du volume des boulettes de minerai de fer observée pendant le processus de réduction dans les conditions spécifiées.

**3.3 indice de gonflement libre:** Mesure relative de l'augmentation de volume des boulettes de minerai de fer observée pendant le processus de réduction dans des conditions sans contrainte. Cet indice s'exprime en pourcentage.

## 4 Principe

Détermination du gonflement libre de boulettes d'une tranche granulométrique spécifique pendant la réduction isotherme, détermination du volume du minerai de fer avant et après réduction à une température de 900 °C sous un mélange de gaz réducteurs composé de monoxyde de carbone et d'azote. Détermination de la variation de volume des boulettes en cours de réduction. Calcul de l'indice de gonflement libre, en pourcentage, à l'aide de la différence entre les deux volumes.

## 5 Conditions d'essai

### 5.1 Généralités

Les volumes et débits de gaz utilisés dans la présente Norme internationale sont ceux mesurés à la température de 0 °C et à la pression atmosphérique de 101,325 kPa<sup>1)</sup>.

1) 1 mmHg = 0,133 3 kPa; 1 atm = 0,101 325 MPa

## 5.2 Composition du gaz réducteur

Le gaz réducteur destiné à l'alimentation du four se compose de

CO: 30 %  $\pm$  0,5 % (V/V)

N<sub>2</sub>: 70 %  $\pm$  0,5 % (V/V)

## 5.3 Pureté du gaz réducteur

La teneur en impuretés du gaz réducteur ne doit pas excéder

H<sub>2</sub>: 0,2 % (V/V)

CO<sub>2</sub>: 0,2 % (V/V)

O<sub>2</sub>: 0,1 % (V/V)

H<sub>2</sub>O: 0,2 % (V/V)

## 5.4 Débit du gaz réducteur

Le débit du gaz réducteur doit, pendant la période d'essai, être maintenu à 15 l/min  $\pm$  1 l/min.

## 5.5 Température de l'essai

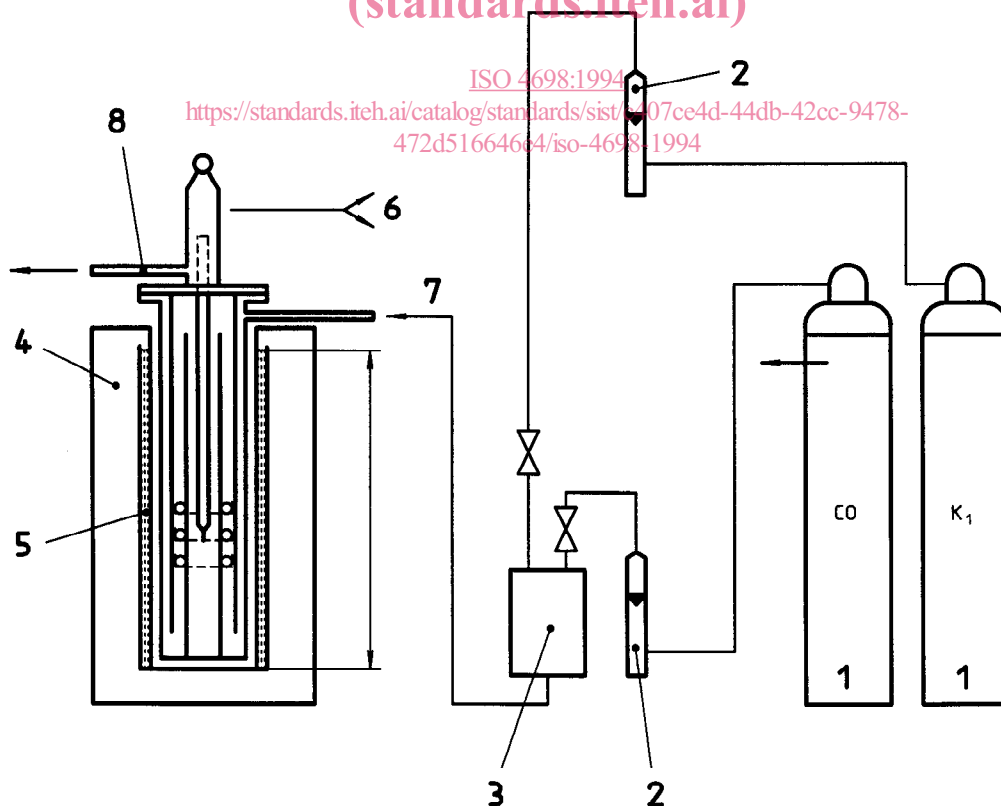
La prise d'essai est réduite à une température de 900 °C  $\pm$  10 °C. Le gaz réducteur doit être préchauffé avant passage au travers de la prise d'essai afin de maintenir celle-ci à 900 °C  $\pm$  10 °C pendant la durée totale de l'essai.

## 6 Appareillage (voir figure 1)

Appareillage courant de laboratoire, et

**6.1 Four électrique**, de capacité de chauffe suffisante pour maintenir la totalité de la prise d'essai et le gaz à 900 °C  $\pm$  10 °C.

**6.2 Tube de réduction**, en métal résistant au calaminage et à la chaleur pour supporter des températures supérieures à 900 °C. Le diamètre intérieur du tube de réduction doit être de 75 mm  $\pm$  1 mm. Les détails relatifs à ce tube ainsi qu'au porte-prise d'essai sont représentés figure 2.

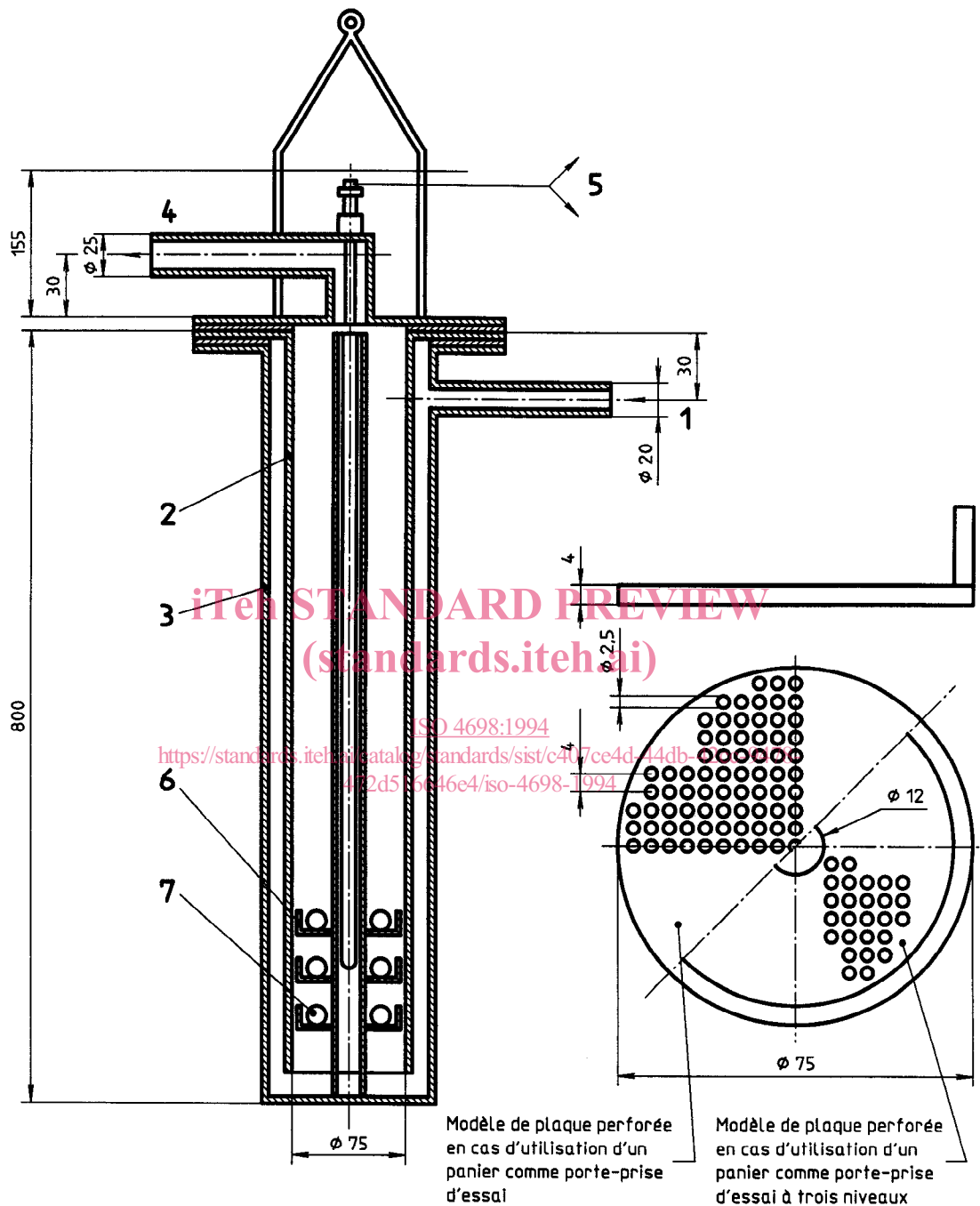


### Légende

1	Bouteilles à gaz	4	Four	7	Entrée du gaz
2	Débitmètres	5	Prise d'essai	8	Sortie du gaz
3	Mélangeur de gaz	6	Thermocouple		

Figure 1 — Exemple d'appareillage d'essai de réduction

Dimensions en millimètres



**a) Tube de réduction**

Légende

- 1 Entrée de gaz
- 2 Chambre intérieure
- 3 Chambre extérieure
- 4 Sortie de gaz
- 5 Thermocouple
- 6 Porte-prise d'essai
- 7 Prise d'essai

**b) Tôle perforée/porte-prise d'essai**

Légende

- |                          |                      |
|--------------------------|----------------------|
| Diamètre des trous       | 2,5 mm               |
| Distance entre les trous | 4 mm                 |
| Nombre de trous          | 241                  |
| Surface totale des trous | 11,8 cm <sup>2</sup> |
| Épaisseur de la plaque   | 4 mm                 |
| Rebord                   | 3 x 7 mm             |

**Figure 2 — Exemple de tube de réduction avec porte-prise d'essai**

**6.3 Porte-prise d'essai**, en toile métallique résistant au calaminage et à la chaleur pour supporter des températures supérieures à 900 °C. Il doit pouvoir loger 18 boulettes dans trois niveaux différents, chaque niveau contenant six boulettes de tranche granulométrique comprise entre 10,0 mm et 12,5 mm.

**6.4 Dispositif volumétrique**, capable de mesurer le volume de la prise d'essai, à 0,2 ml près. Des exemples de dispositifs volumétriques sont indiqués en annexe A.

**6.5 Tamis**, conformes à l'ISO 3310 ayant des ouvertures de mailles carrées de 10,0 mm et 12,5 mm.

## 7 Préparation de l'échantillon d'essai

### 7.1 Généralités

L'échantillon d'essai doit être préparé conformément aux indications de l'ISO 3083 à partir d'un échantillon pour essai physique prélevé suivant les indications de l'ISO 3081 ou de l'ISO 3082. L'échantillon d'essai doit être séché en étuve à 105 °C ± 5 °C pendant au moins 2 h, puis refroidi à température ambiante avant contrôle.

### 7.2 Échantillon pour essai de gonflement libre

L'échantillon pour essai d'une masse d'environ 1 kg et de granulométrie comprise entre 10,0 mm et 12,5 mm sera obtenu par criblage. Après criblage, seules des boulettes choisies au hasard serviront à l'essai. La prise d'essai devra comprendre 18 boulettes.

## 8 Mode opératoire

### 8.1 Nombre de déterminations

Effectuer l'essai en double sur deux prises d'essai provenant d'un même échantillon d'essai.

### 8.2 Détermination du volume avant réduction

Déterminer le volume total ( $V_0$ ) de la prise d'essai selon l'une des méthodes spécifiées en annexe A. Le volume doit être déterminé avec une précision de 0,2 ml.

### 8.3 Réduction

Placer six boulettes à chaque niveau du panier et placer le panier dans le tube de réduction. Fermer le haut du tube de réduction et introduire celui-ci dans le four. Faire circuler un flux de gaz inerte dans le tube de réduction à un débit d'environ 10 l/min et commencer

à chauffer. Lorsque la température de la prise d'essai approche de 900 °C, porter le débit de gaz inerte à 15 l/min ± 1 l/min. Maintenir la prise d'essai dans ces conditions jusqu'à ce que la température reste constante à 900 °C ± 10 °C.

**ATTENTION — Le monoxyde de carbone et le gaz réducteur qui contient du monoxyde de carbone sont toxiques et donc dangereux. Il convient de réaliser la totalité de l'essai dans une aire bien ventilée ou sous hotte. Des précautions conformes aux règles de sécurité en vigueur dans chaque pays doivent être prises pour assurer la sécurité de l'opérateur.**

Remplacer le gaz inerte par le gaz réducteur à un débit de 15 l/min ± 1 l/min et poursuivre la réduction pendant 60 min.

NOTE 1 Certaines boulettes présentent un degré de gonflement supérieur dans un temps de réduction plus court. On peut donc utiliser des durées plus courtes, par exemple 40 min.

Remplacer le gaz réducteur par le gaz inerte et enlever le tube du four et refroidir la prise d'essai à un débit de 5 l/min.

### 8.4 Détermination du volume après réduction

Enlever la prise d'essai refroidie du tube de réduction et déterminer son volume total ( $V_1$ ) selon l'une des méthodes spécifiées en annexe A.

## 9 Expression des résultats

### 9.1 Calcul de l'indice de gonflement

Calculer l'indice de gonflement libre ( $V_{FS}$ ), exprimé en pourcentage, à l'aide de l'équation suivante:

$$V_{FS} = \frac{V_1 - V_0}{V_0} \times 100$$

où

$V_0$  est le volume, en millilitres, de la prise d'essai avant réduction;

$V_1$  est le volume, en millilitres, de la prise d'essai après réduction.

Noter l'indice de gonflement libre à la première décimale.

### 9.2 Tolérance admissible

La différence entre les deux valeurs d'indice de gonflement libre doit être inférieure à 3 % en valeur absolue. Si tel n'est pas le cas, on suivra la procédure indiquée en annexe B.



### 9.3 Calcul du résultat final

L'indice de gonflement libre final, exprimé en pourcentage, est déterminé de la manière spécifiée en annexe B. Il est exprimé à la première décimale.

### 10 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit comporter les informations suivantes:

a) les nom et adresse du laboratoire d'essai;

b) la date d'établissement du rapport d'essai;

c) la référence à la présente Norme internationale;

d) la description de l'échantillon pour essai;

e) le temps de réduction, s'il est différent de 60 min;

f) l'indice de gonflement libre;

g) la perte de masse;

h) le type de méthode volumétrique utilisée.

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO 4698:1994](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c407ce4d-44db-42cc-9478-472d516646e4/iso-4698-1994)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c407ce4d-44db-42cc-9478-472d516646e4/iso-4698-1994>

## Annexe A (normative)

### Méthode de détermination du volume de la prise d'essai

La présente annexe prescrit quatre méthodes de détermination du volume des prises d'essai de boulettes de minerai de fer.

#### A.1 Méthode volumétrique au mercure

##### A.1.1 Principe

Détermination du volume des boulettes sous forme d'une variation du volume du mercure lorsque la prise d'essai est plongée dedans.

##### A.1.2 Appareillage

Volumètre à mercure du type représenté à la figure A.1.

##### A.1.3 Préparation de l'échantillon

L'échantillon doit être séché pendant 8 h à 110 °C.

##### A.1.4 Mode opératoire

###### A.1.4.1 Régler le volumètre de la façon suivante.

Fixer le porte-échantillon vide dans l'appareil.

Faire monter le niveau de mercure en actionnant la manivelle d'un piston jusqu'à ce que sa surface soit au niveau zéro du tube de mesure.

Régler la butée de manière à ne plus pouvoir se servir de la manivelle pour augmenter le niveau.

Vérifier que la butée empêche tout mouvement du piston lorsque le niveau du mercure atteint le niveau du zéro du tube.

###### A.1.4.2 Une fois l'appareil réglé, effectuer la détermination de la manière suivante.

Peser l'échantillon constitué de 18 boulettes. Enlever le porte-échantillon du volumètre et y placer l'échantillon. Replacer le porte-échantillon dans le volumètre et laisser le niveau de mercure monter jusqu'à ce que la butée coulissante empêche toute poursuite du mouvement du piston.

Relever le volume indiqué sur le tube de mesure et vérifier que l'on obtient la même valeur lors d'un deuxième essai similaire.

Lorsque le mercure s'égoutte pour la dernière fois, vérifier qu'il n'en reste plus sur l'échantillon.

Enlever le porte-échantillon du réservoir et verser soigneusement l'échantillon dans un bol.

Vérifier les boulettes une par une pour s'assurer qu'elles ne présentent plus trace de mercure, les transvaser dans un autre bol et reverser tout le mercure restant dans le premier bol dans le réservoir.

Une fois la détermination effectuée, procéder à un contrôle sérieux pour vérifier qu'il n'existe aucune trace de mercure libre sur le volumètre ou dans son voisinage. Recueillir le mercure échappé et le reverser dans le réservoir approprié dans le laboratoire.

ISO 4698:1994

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c407ce4d-44db-42cc-9478-472d516646e4/iso-4698-1994>

472d516646e4/iso-4698-1994

#### A.2 Méthode à l'oléate et au kérosène

##### A.2.1 Principe

Après avoir plongé les boulettes dans une solution aqueuse d'oléate de sodium pour former à leur surface une pellicule mince hydrophobe, et avoir stabilisé la pellicule avec du kérosène, on détermine le volume de la prise d'essai à partir de la différence entre les masses obtenues à la fois dans l'air et dans l'eau.

Le volume des boulettes doit être calculé à partir de leur masse et de la masse volumique de l'eau.

##### A.2.2 Liquides d'essai

Tous les réactifs et l'eau doivent être préparés au fur et à mesure des besoins.

###### A.2.2.1 Eau, distillée ou échangeuse d'ions.

###### A.2.2.2 Solution aqueuse d'oléate de sodium, $c(\text{C}_{17}\text{H}_{33}\text{COONa}) = 0,1 \text{ mol/l}$ .

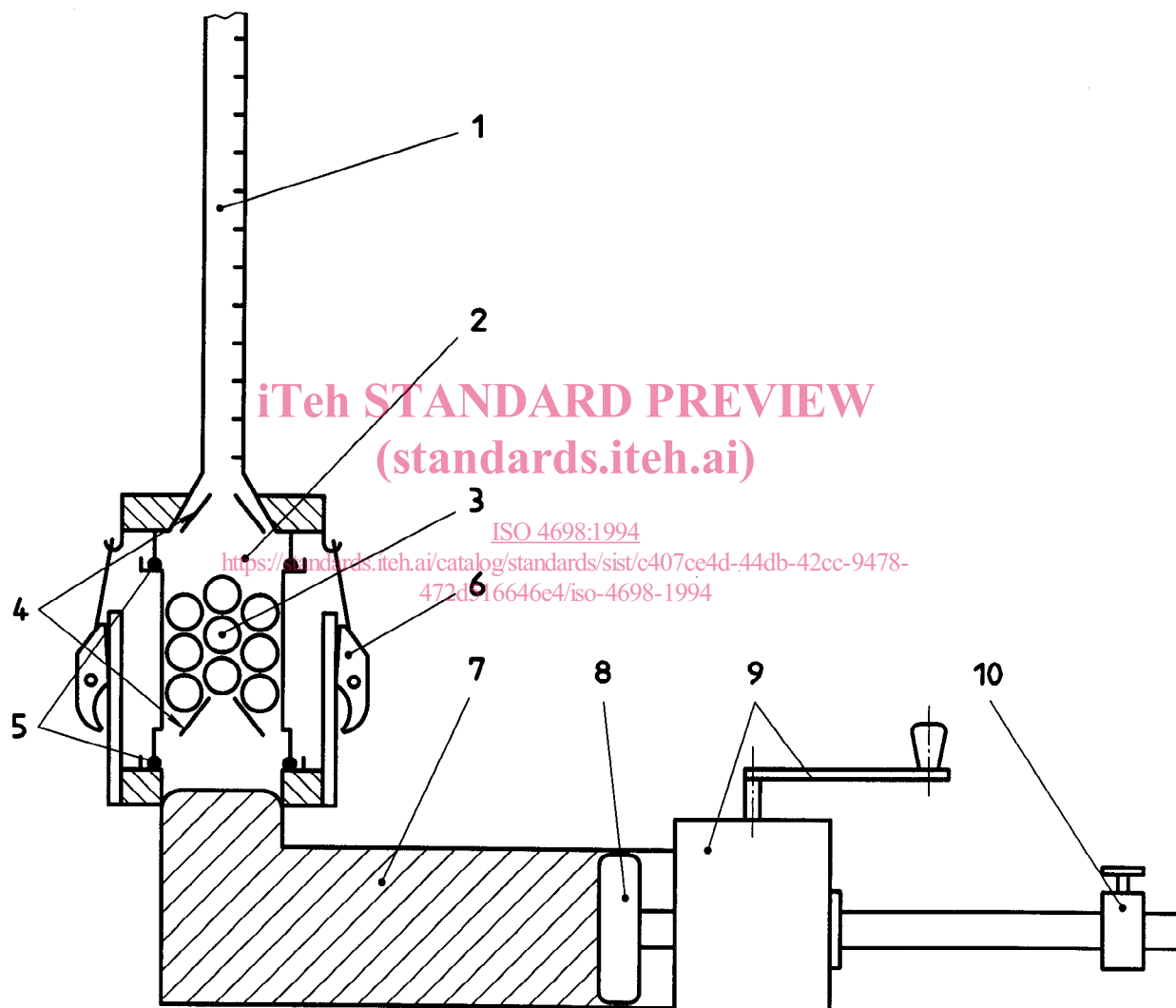
###### A.2.2.3 Kérosène, de qualité analytique.

## A.2.3 Appareillage

**A.2.3.1 Récipient à réactifs (solution aqueuse d'oléate de sodium et kérosène)**, utilisé pour recevoir la cage d'immersion contenant les boulettes. Ce récipient doit être conçu de manière que la cage contenant les boulettes puisse y bouger librement. Il doit être en un matériau (en verre, par exemple) qui

ne réagit ni avec la solution aqueuse d'oléate de sodium, ni avec le kérosène.

**A.2.3.2 Cage d'immersion dans les réactifs**, utilisée pour plonger les boulettes dans le réactif. La cage doit être en matériau ne réagissant ni avec la solution aqueuse d'oléate de sodium, ni avec le kérosène. Elle doit être conçue de manière à pouvoir recevoir des prises d'essais en deux ou trois couches superposées.



### Légende

- |   |   |    |   |
|---|---|----|---|
| 1 | Tube de mesure gradué en 1/10 ml                              | 6  | Dispositif de serrage du porte-échantillon et du tube de mesure |
| 2 | Porte-échantillon   | 7  | Réservoir de mercure  |
| 3 | Échantillon   | 8  | Piston  |
| 4 | Dispositif maintenant l'échantillon dans le porte-échantillon | 9  | Poignée et engrenage de déplacement du piston                   |
| 5 | Joint torique   | 10 | Butée coulissante réglable                                      |

Figure A.1 — Exemple de volumètre à mercure