

NORME
INTERNATIONALE

ISO
10060

Première édition
1993-12-01

**Produits réfractaires façonnés denses —
Méthodes d'essai pour les produits
contenant du carbone**

iTeh STANDARD PREVIEW

*Dense, shaped refractory products — Test methods for products
containing carbon*

ISO 10060:1993

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0b7c376c-c848-4168-aec5-f66cf8e5ecc/iso-10060-1993>



Numéro de référence
ISO 10060:1993(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 10060 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 33, *Matériaux réfractaires*.

[ISO 10060:1993](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0b7c376c-c848-4168-acc5-f66cf8e5ecc/iso-10060-1993)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0b7c376c-c848-4168-acc5-f66cf8e5ecc/iso-10060-1993>

© ISO 1993

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, 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

Produits réfractaires façonnés denses — Méthodes d'essai pour les produits contenant du carbone

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit les méthodes d'essai applicables aux produits réfractaires contenant du carbone résiduel (voir 7.3), le reste étant essentiellement composé de dolomie ou de magnésie fondue ou encore d'un mélange de ces deux substances.

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 5014:1986, *Produits réfractaires — Détermination du module de rupture par flexion à température ambiante*.

ISO 5017:1988, *Produits réfractaires façonnés denses — Détermination de la masse volumique apparente, de la porosité ouverte et de la porosité totale*.

ISO 8841:1991, *Produits réfractaires façonnés denses — Détermination de la perméabilité aux gaz*.

ISO 10059-1:1992, *Produits réfractaires façonnés denses — Détermination de la résistance à la compression à température ambiante — Partie 1: Méthode d'essai de référence sans intercalaire*.

3 Définitions

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

3.1 réfractaire lié au goudron: Réfractaire façonné, non cuit, obtenu par pressage d'un mélange d'agré-gats sélectionnés et de goudron.

NOTE 1 Le terme «brai» peut être utilisé à la place de goudron.

3.2 réfractaire lié au goudron et tempéré: Produit façonné lié au goudron qui a été chauffé à une température relativement basse (jusqu'à 800 °C).

3.3 réfractaire lié à la résine: Réfractaire façonné, non cuit, obtenu par pressage d'un mélange d'agré-gats sélectionnés et de résine.

3.4 réfractaire lié à la résine et tempéré: Réfractaire façonné, lié à la résine et chauffé à une température relativement basse (jusqu'à 800 °C).

3.5 réfractaire imprégné de goudron: Réfractaire façonné qui a été imprégné de goudron liquide après façonnage. Il peut s'agir d'un produit cuit ou d'un produit contenant du carbone et défini en 3.1 à 3.4.

3.6 cokéfaction: Processus consistant à éliminer les composés volatils d'une éprouvette réfractaire préalablement liée ou imprégnée à l'aide d'un matériau carbonné tel que le goudron (brai) ou une résine, de façon à ne retenir que le carbone résiduel.

3.7 antioxydant: Élément métallique ou autre substance ajoutée aux pièces contenant du carbone définies en 3.1 à 3.4 afin d'améliorer leur résistance à l'oxydation.

4 Principe

Détermination des propriétés physiques des produits renfermant du carbone avant et après élimination des composés volatils par cokéfaction.

5 Éprouvettes

5.1 Dimensions

Les éprouvettes doivent avoir les dimensions spécifiées pour chaque méthode d'essai.

NOTE 2 Lorsque des produits de forme irrégulière sont soumis à l'essai, il est possible que l'on ne puisse pas obtenir les dimensions appropriées. Dans tous les cas, toute variation de dimensions doit conserver à l'éprouvette un volume ou une géométrie identique; de telles variations doivent être consignées dans le rapport d'essai.

5.2 Préparation

Prélever les éprouvettes par découpage ou carottage parallèlement à la direction de pressage.

NOTE 3 Les matériaux contenant du graphite ou du carbone peuvent présenter une anisotropie prononcée. Pour une caractérisation plus complète, les éprouvettes devront être représentatives de chacun des axes correspondant aux trois directions.

Lorsque le découpage ou le carottage à l'eau est pratiqué, faire sécher les éprouvettes soit au moyen d'un jet d'air chaud, soit au moyen d'une étuve ventilée permettant un écoulement libre de l'air sur toutes les surfaces.

NOTE 4 Lorsqu'il y a risque de ramollissement ou d'évaporation des composés volatils, par exemple dans le cas des produits liés au goudron, la température ne doit pas dépasser 40 °C.

Les matériaux sensibles à l'eau, et qui doivent être cokéfiés, ne doivent pas être mis au contact de l'eau.

Les matériaux susceptibles de réagir avec l'eau destinés à être soumis à l'essai à la température ambiante ne peuvent être préparés par voie humide que s'ils ne sont mis en contact avec l'eau que moins de 30 min, et que si durant cette période aucune hydratation ne se produit. Si ces conditions ne peuvent être respectées (par exemple, pour une dolomie non tempérée), le matériau doit être soit usiné à sec, soit avec un liquide non réactif.

6 Élimination des composés volatils

6.1 Introduction

Certains réfractaires renfermant du carbone, notamment ceux décrits à l'article 3 contiennent des composés volatils. La cokéfaction est nécessaire pour déterminer les propriétés spécifiques à ce processus (voir article 7) et pour quelques autres essais physiques (voir 8.2).

6.2 Appareillage

6.2.1 Four, à gaz, à fuel ou électrique, pouvant recevoir l'enceinte de cokéfaction (6.2.3) et ayant une capacité thermique suffisante, lorsqu'il est lui-même maintenu à 1 000 °C, pour élever la température interne de l'enceinte de cokéfaction de la température ambiante à 980 °C en une durée n'excédant pas 3 h. S'assurer que le four est suffisamment ventilé.

6.2.2 Balance, capable de peser à 0,2 g près.

6.2.3 Enceinte de cokéfaction, avec son couvercle, en tôle réfractaire de 3 mm d'épaisseur et pouvant être utilisée à 1 000 °C. La conception et les dimensions minimales sont données à la figure 1. Le couvercle ou bien l'une des faces latérales de l'enceinte, doit être percé(e) en son centre, d'un orifice permettant l'insertion d'un thermocouple (6.2.4) et de sa gaine. Le couvercle doit également être percé d'un évent d'un diamètre de 3 mm. Pour éviter une oxydation liée à un effet de cheminée, seul cet évent doit demeurer ouvert.

NOTE 5 Si l'enceinte ou son couvercle se déforme, ou bien si l'atmosphère du four est oxydante, le contenu de l'enceinte peut s'oxyder. Dans un cas semblable, il est recommandé de munir l'enceinte d'un joint de sable continu qui recevra le couvercle. Lorsque cette conception est appliquée, la présence d'un évent dans le couvercle n'est pas nécessaire.

6.2.4 Thermocouple, permettant une mesure à 1 000 °C, et sa gaine de protection.

6.2.5 Dessiccateur, contenant du gel de silice ou de l'anhydride phosphorique.

6.2.6 Coke métallurgique, d'une taille de grain comprise entre 0,5 mm et 2 mm, préchauffé avant usage, pendant 2 h à 1 000 °C ± 10 °C dans l'enceinte de cokéfaction et conservé au sec.

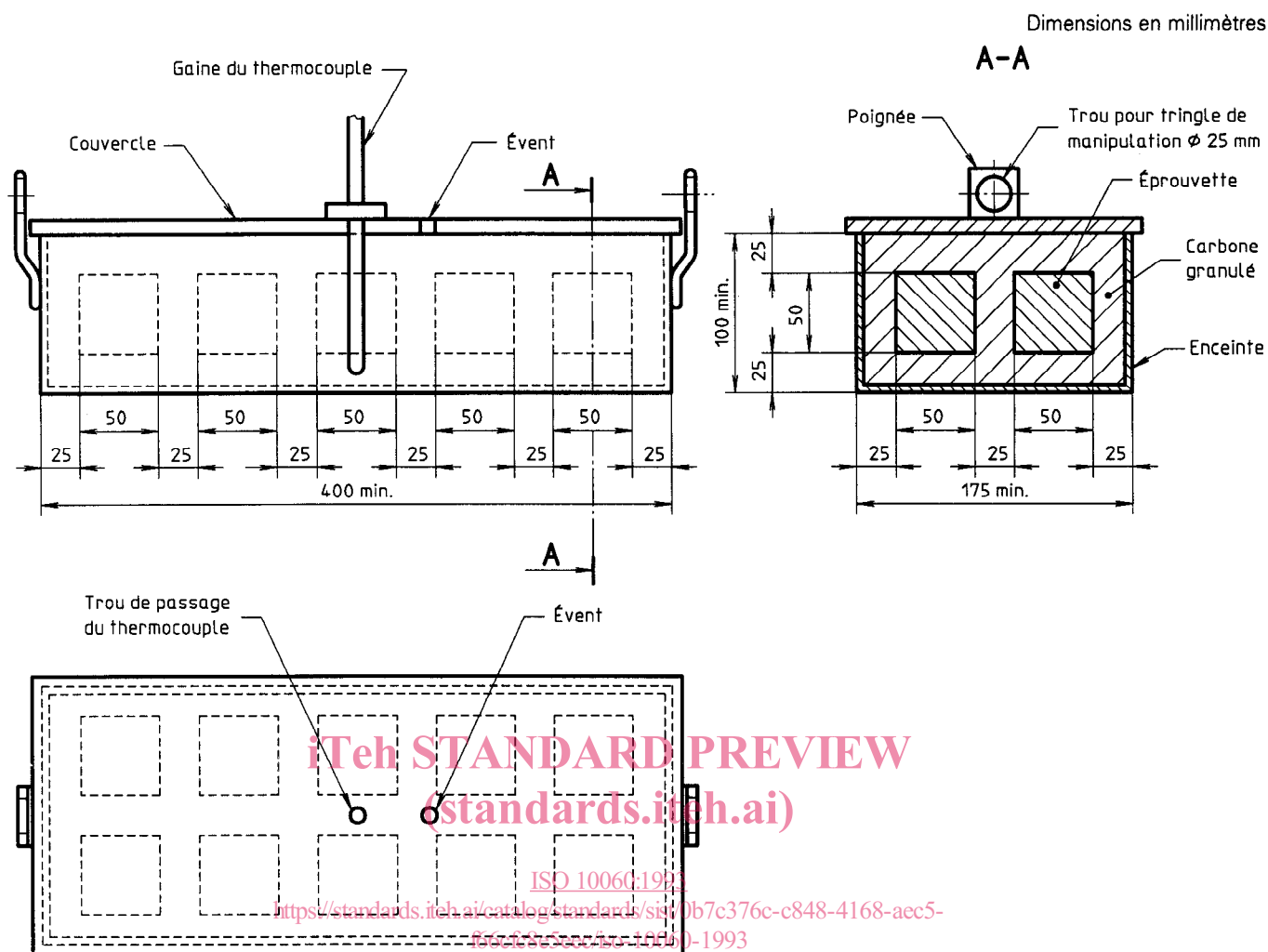


Figure 1 — Enceinte de cokéfaction et son couvercle (exemple pour des tubes de 50 mm)

6.3 Préparation de l'enceinte de cokéfaction

Placer une couche de coke métallurgique (voir 6.2.6) de 25 mm d'épaisseur sur le fond de l'enceinte de cokéfaction (6.2.3).

Peser chaque éprouvette à 0,2 g près (m_1) lorsque cette mesure est nécessaire pour la détermination des propriétés de cokéfaction (voir article 7).

Placer les éprouvettes sur la couche de coke à égales distances des côtés de l'enceinte, en laissant au moins 25 mm de coke entre les éprouvettes et les côtés de l'enceinte (voir figure 1). Si nécessaire, placer les éprouvettes à blanc de mêmes dimensions (voir 5.2) et de composition chimique analogue pour obtenir un espacement uniforme à l'intérieur de l'enceinte. Entourer les éprouvettes de coke en les recouvrant d'une épaisseur de 25 mm.

Placer le couvercle comme indiqué à la figure 1 et insérer le thermocouple (6.2.4) de façon à ce qu'il se

trouve dans une position centrale par rapport aux éprouvettes.

6.4 Mode opératoire

Chauffer le four (6.2.1) à $1\,000\,^{\circ}\text{C} \pm 10\,^{\circ}\text{C}$ et procéder à un palier de 2 h. Introduire alors l'enceinte de cokéfaction (6.2.3) et son contenu dans le four chaud et maintenir la température à $1\,000\,^{\circ}\text{C} \pm 10\,^{\circ}\text{C}$. Noter le temps à partir duquel la température lue sur le thermocouple (voir 6.2.4) atteint $980\,^{\circ}\text{C}$ (voir 6.2.1). Maintenir le four à $1\,000\,^{\circ}\text{C} \pm 10\,^{\circ}\text{C}$ pendant 2 h à partir de ce point.

Extraire l'enceinte du four tandis que celui-ci demeure en température. Retirer l'enceinte du four chaud et laisser refroidir naturellement jusqu'à $100\,^{\circ}\text{C}$, indiqué par le thermocouple (6.2.5). Transférer alors les éprouvettes dans le dessiccateur. Laisser refroidir les éprouvettes jusqu'à la température ambiante et éliminer le coke y adhérent. Si nécessaire, peser chaque

éprouvette à (0,2 g) près (m_2) et noter cette masse en tant que masse après cokéfaction.

7 Détermination des propriétés de cokéfaction

7.1 Éprouvettes

Pour la détermination des propriétés de cokéfaction décrites en 7.2 à 7.4, utiliser soit des cubes de 50 mm $\pm$ 2 mm d'arêtes, soit des cylindres de diamètre et de hauteur 50 mm $\pm$ 2 mm.

7.2 Perte de masse à la cokéfaction

Calculer la perte de masse à la cokéfaction, CML, en terme de pourcentage de la masse initiale, d'après l'équation suivante:

$$\text{CML} = \frac{m_1 - m_2}{m_1} \times 100 \quad \dots (1)$$

où

m_1 désigne la masse initiale, en grammes (voir 6.3);

m_2 désigne la masse après cokéfaction, en grammes (voir 6.4).

7.3 Détermination de la teneur en carbone résiduel

7.3.1 Méthode analytique directe

Broyer les éprouvettes cokéfiées en poudre fine et en prélever une prise d'essai. Déterminer la teneur en carbone résiduel par une méthode analytique directe.

NOTE 6 Parmi les méthodes courantes figurent le dosage coulométrique et la détection infrarouge du dioxyde de carbone formé après combustion dans un four sous courant d'oxygène.

7.3.2 Méthode par perte au feu

Cette méthode n'est adaptée qu'aux produits qui ne contiennent pas

- a) d'antioxydant;
- b) plus de 1,5 % d'oxyde de fer;
- c) de matériaux (tels que de la chaux libre) qui réagissent avec l'air.

Peser de nouveau les éprouvettes cokéfiées (m_2) et placer chacune dans un creuset en porcelaine ou en réfractaire argileux sec et taré. Placer le creuset dans le four (voir 6.2.1), ou tout autre four de dimension adéquate. Chauffer le four à 1 000 °C.

NOTE 7 La vitesse de montée en température ne doit pas dépasser 250 °C/h.

Maintenir une atmosphère oxydante en faisant circuler un courant d'air dans le four, et maintenir la température spécifiée pendant au moins 12 h. Laisser le creuset refroidir dans le four, puis le transférer dans un dessiccateur pour revenir à la température ambiante.

Extraire le creuset du dessiccateur et répéter la pesée à 0,2 g près. Retrancher la masse du creuset pour obtenir la masse après calcination (m_3).

Répéter le mode opératoire ci-dessus jusqu'à masse constante.

NOTE 8 La masse constante est généralement atteinte après 12 h de calcination.

Calculer la teneur en carbone résiduel (RC) à partir de la différence de masse avant et après calcination et l'exprimer en pourcentage de la masse de l'éprouvette cokéfiée d'après l'équation suivante:

$$\text{RC} = \frac{m_2 - m_3}{m_2} \times 100 \quad \dots (2)$$

où

m_2 est comme défini en 6.4;

m_3 est la masse après calcination, en grammes.

7.3.3 Rapport

Le rapport d'essai (article 9) doit indiquer la méthode (7.3.1 ou 7.3.2) utilisée pour la détermination de la teneur en carbone résiduel.

7.4 Rendement en carbone

Calculer le rendement en carbone (CY) à partir de la différence de masse de l'éprouvette cokéfiée avant et après calcination et l'exprimer en terme de pourcentage de la perte au feu, à partir de l'équation suivante:

$$\text{CY} = \frac{m_2 - m_3}{m_1 - m_3} \times 100$$

où m_1 , m_2 , m_3 sont comme définis en 6.3, 6.4, et 7.3.2

NOTE 9 Ce calcul ne s'applique pas aux matériaux contenant des antioxydants ou plus de 1,5 % d'oxyde de fer.

8 Essais physiques

8.1 Essais sur le matériau à l'état de réception

8.1.1 Préparation des éprouvettes

Préparer des éprouvettes à partir du matériau à l'état de réception (voir 5.2) dans les dimensions spécifiées pour les essais décrits en 8.1.2 à 8.1.6.

8.1.2 Détermination de la masse volumique apparente et de la porosité apparente

Déterminer la masse volumique apparente et la porosité apparente conformément à l'ISO 5017.

Si l'échantillon contient de la chaux libre, utiliser un liquide organique adéquat qui ne dissolve pas le goudron, ou bien, si l'on utilise l'eau, veiller à ce que l'essai soit achevé au bout de 30 min.

NOTE 10 Il convient de ne pas conduire d'essais ultérieurs (tels que des essais de résistance) sur des éprouvettes contenant des antioxydants susceptibles de former des carbures sensibles à l'hydratation quand la détermination de la masse volumique apparente et de la porosité apparente fait appel à de l'eau.

8.1.3 Détermination de la masse volumique apparente géométrique

La méthode suivante consistant à déterminer la masse volumique apparente à partir de la masse et des dimensions de l'éprouvette peut être substituée à celle décrite en 8.1.2.

Déterminer la masse d'un produit façonné ou de toute autre pièce appropriée dont l'une des dimensions au moins est supérieure à 100 mm, avec une précision de 0,2 %.

Mesurer les dimensions supérieures à 250 mm à l'aide d'un mètre ruban en acier gradué en millimètres et muni d'un bec à angle droit correspondant à l'origine des mesures. Mesurer les dimensions inférieures à 250 mm à l'aide d'un pied à coulisse. Procéder à deux mesures pour la longueur, la largeur et l'épaisseur, de façon à distinguer, dans le cas de la largeur et de l'épaisseur, la face interne et la face externe de la brique. Ne pas placer les becs du pied à coulisse à plus de 10 mm des arêtes pour éviter les erreurs dues à la dépouille. Pour éliminer les mesures

erronées susceptibles d'être obtenues sur des produits imparfaits, déterminer la masse volumique apparente sur des pièces dont la gauchissement n'excède pas 2 mm sur la longueur totale. Pour contrôler la planéité, utiliser un instrument muni de protubérances de 2 mm à ses extrémités.

8.1.4 Détermination de la résistance à la rupture par compression à température ambiante

Déterminer la résistance à la rupture par compression à température ambiante conformément à l'ISO 10059-1. Conserver les éprouvettes de réfractaire lié au goudron à $22\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$, effectuer l'essai à une température aussi proche que possible de celle-ci et consigner cette température au rapport d'essai.

8.1.5 Détermination du module de rupture à température ambiante

Déterminer le module de rupture à température ambiante conformément à l'ISO 5014, en utilisant le format d'éprouvette 150 mm × 25 mm × 25 mm. Pour les produits liés au goudron, appliquer les prescriptions de température indiquées en 8.1.4.

8.1.6 Variation de masse à la calcination

Éliminer la totalité de carbone des éprouvettes conformément à 8.3. Calculer la variation de masse à la calcination en terme de pourcentage de la masse initiale déterminée conformément à 8.1.3.

NOTE 11 Cet essai est moins significatif lorsque des antioxydants sont présents.

8.2 Essais après cokéfaction

NOTE 12 Procéder à ces essais après cokéfaction des éprouvettes (voir 6.4).

8.2.1 Préparation des éprouvettes

Préparer les éprouvettes (5.1) aux dimensions spécifiées pour les essais décrits en 8.2.2 et les cokéfier conformément au mode opératoire décrit à l'article 6.

8.2.2 Propriétés à température ambiante

Déterminer la masse volumique apparente, la porosité apparente, la résistance à la rupture par compression à température ambiante et le module de rupture à température ambiante conformément aux méthodes indiquées en 8.1. En outre, déterminer la perméabilité aux gaz conformément à l'ISO 8841.

Si l'échantillon contient des antioxydants, procéder à l'essai immédiatement après cokéfaction des éprouvettes, pour éviter des réactions dues à l'humidité ambiante.

NOTE 13 Il convient de ne pas conduire d'essais ultérieurs (tels que des essais de résistance) sur des éprouvettes contenant des antioxydants susceptibles de former des carbures sensibles à l'hydratation quand la détermination de la masse volumique apparente et de la porosité apparente fait appel à de l'eau.

NOTE 14 Il peut être nécessaire de faire appel à des liquides non aqueux pour la détermination de la masse volumique apparente et de la porosité apparente pour les éprouvettes contenant des antioxydants susceptibles de former des carbures sensibles à l'hydratation.

8.3 Essais après élimination de la totalité du carbone

Les produits réfractaires cuits et imprégnés de goudron (3.5) peuvent être soumis à essai après élimination de la totalité du carbone.

Éliminer le carbone des éprouvettes (voir article 5) en chauffant jusqu'à 1 000 °C en atmosphère oxydante en observant une vitesse de montée en température n'excédant pas 250 °C/h. Procéder à un palier de 12 h au moins ou jusqu'à ce que la masse constante soit atteinte.

NOTE 15 Pour des éprouvettes plus grandes ou sensibles, une vitesse maximale à la fissuration de 60 °C/h est appropriée.

À la suite de l'élimination du carbone, soumettre les éprouvettes à tout essai décrit dans une méthode ISO et destinée aux produits réfractaires façonnés denses.

9 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

- a) le nom de l'établissement ayant pratiqué l'essai;
- b) la date de l'essai;
- c) une référence à la présente Norme internationale, par exemple «Déterminé conformément à l'ISO 10060»;
- d) toute référence aux modes opératoires retenus (voir 7.3.3 et 8.1.3);
- e) la désignation des briques soumises à essai (fabricant, type, format etc.);
- f) le nombre d'individus (briques) soumis à essai;
- g) toute variation dans les dimensions d'éprouvettes (voir 5.1);
- h) toute utilisation de liquides autres que l'eau dans la préparation et les essais;
- i) les résultats de chacun des essais pratiqués, y compris les températures d'essai, si nécessaire.

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 10060:1993

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0b7c376c-c848-4168-aec5-f66cfc8e5ecc/iso-10060-1993>