
Norme internationale



7404/2

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

**Méthodes d'analyse pétrographique des charbons
bitumineux et de l'anhracite —
Partie 2: Préparation d'échantillons de charbon**

Methods for the petrographic analysis of bituminous coal and anthracite — Part 2: Method of preparing coal samples

Première édition — 1985-04-15

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 7404-2:1985](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3121ca9c-c432-4e9b-a504-a78e6a6ad635/iso-7404-2-1985)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3121ca9c-c432-4e9b-a504-a78e6a6ad635/iso-7404-2-1985>

CDU 662.66 : 552 : 620.11

Réf. n° : ISO 7404/2-1985 (F)

Descripteurs : minéral, combustible solide, charbon, charbon bitumineux, anthracite, essai, pétrographie, analyse microscopique, préparation de spécimen d'essai.

Prix basé sur 8 pages

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 créé à cet effet. 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. Les Normes internationales sont approuvées conformément aux procédures de l'ISO qui requièrent l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 7404/2 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 27, *Combustibles minéraux solides*.

[ISO 7404-2:1985](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3121ca9c-c432-4e9b-a504-a78e6a6ad635/iso-7404-2-1985)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3121ca9c-c432-4e9b-a504-a78e6a6ad635/iso-7404-2-1985>

Méthodes d'analyse pétrographique des charbons bitumineux et de l'anhracite —

Partie 2: Préparation d'échantillons de charbon

0 Introduction

0.1 L'importance des analyses pétrographiques a été reconnue à l'échelle internationale pour ce qui concerne la genèse, les variations verticales et latérales, la continuité, le métamorphisme et les utilisations du charbon. Le Comité international de pétrographie des charbons (International Committee for coal Petrology, ICCP) a émis des recommandations concernant la nomenclature et les méthodes d'analyses, et il a publié un manuel complet décrivant en détail les caractéristiques d'une gamme étendue de charbons. La teneur de la présente Norme internationale est essentiellement conforme à ce manuel, et contient de nombreux commentaires utiles avancés par les membres du Comité international de pétrographie des charbons et des comités membres de l'ISO/TC 27. *Combustibles minéraux solides*.

Les analyses pétrographiques d'un charbon déterminé donnent des renseignements relatifs au rang, à la composition des macéraux et des microlithotypes ainsi qu'à la répartition des matières minérales dans le charbon. Le pouvoir réflecteur de la vitrinite est une mesure utile du rang du charbon, et la répartition du pouvoir réflecteur de la vitrinite dans un mélange de charbons, en même temps qu'une analyse des groupes de macéraux, donnent des renseignements relatifs à certaines propriétés chimiques et technologiques importantes du mélange.

La présente Norme internationale traite des méthodes d'analyse pétrographique actuellement utilisées pour caractériser le charbon bitumineux et l'anhracite dans la perspective de leur utilisation technique. Elle établit un système permettant l'analyse pétrographique et comprend cinq parties distinctes:

Partie 1: Glossaire de termes.

Partie 2: Préparation d'échantillons de charbon.

Partie 3: Détermination de la composition en groupes de macéraux.

Partie 4: Détermination de la composition en microlithotypes.¹⁾

Partie 5: Détermination au microscope du pouvoir réflecteur de la vitrinite.

Pour tous renseignements relatifs à la nomenclature et à l'analyse des lignites, il faut se référer au *Lexique international de pétrographie des charbons*²⁾ publié par le Comité international de pétrographie des charbons.

0.2 La composition pétrographique et la dureté du charbon étant variables, de même que le type et la quantité de matières minérales incluses, la description d'une méthode précise pouvant être appliquée, avec un succès égal, à tous les types et rangs de charbon, n'est pas possible. À l'intérieur de ces limites, par conséquent, la présente partie de l'ISO 7404 permet à un opérateur d'appliquer son habileté et son expérience personnelle à la préparation d'une surface polie satisfaisante. En même temps, une méthode recommandée qui a été trouvée comme étant applicable à une grande variété de charbons, est donnée en annexe à titre indicatif.

De nombreuses transformations interviennent entre l'extraction du charbon et sa préparation pour une utilisation industrielle. L'analyse pétrographique peut être nécessaire, à toute étape, sur des échantillons de la couche de charbon *in situ* ou des échantillons de carottes de forage, sur les produits de la production brute de la houillère, les produits de l'usine de préparation ou le produit final. La quantité et la distribution granulométrique du charbon étudié varient ainsi largement, et il est important de s'assurer que l'échantillon obtenu en vue de l'analyse pétrographique est tout à fait représentatif.

1 Objet et domaine d'application

La présente partie de l'ISO 7404 spécifie une méthode de préparation d'un bloc poli de particules obtenu à partir d'un échantillon de charbon broyé, en vue de l'analyse microscopique en lumière blanche réfléchie. Elle ne s'applique ni à la préparation de sections polies de grains en vue des analyses utilisant les techniques de microscopie de fluorescence, ni à la préparation de morceaux de charbon polis, orientés.

2 Références

ISO 1988, *Charbons et lignites durs — Échantillonnage*.

1) Actuellement au stade de projet.

2) La deuxième édition (1963), avec le supplément publié en 1971, peut être obtenue auprès du Professeur D.G. Murchison, Organic Geochemistry Unit, Department of Geology, University of Newcastle, Newcastle-upon-Tyne, NE1 7RU, Angleterre. Le supplément publié en 1973 peut être obtenu auprès du Centre national de la recherche scientifique, 15, quai Anatole-France, F-75007 Paris, France.

ISO 3310/1, *Tamis de contrôle — Exigences techniques et vérifications — Partie 1: Tamis de contrôle de tissu métallique.*

ISO 7404/1, *Méthodes d'analyse pétrographique des charbons bitumineux et de l'antracite — Partie 1: Glossaire de termes.*

3 Définitions

Dans le cadre de la présente partie de l'ISO 7404, les définitions de l'ISO 7404/1 sont applicables.

4 Principe

Mélange d'un échantillon représentatif de charbon séché à l'air, broyé à la granulométrie requise, avec un liant approprié. Moulage en un bloc dont une face est aplanie et polie pour donner une surface sans relief ni rayures en vue de l'analyse microscopique en lumière réfléchie.

5 Matériaux

5.1 Liant, pour maintenir les particules de charbon en un seul bloc. Les propriétés du liant doivent être telles

- a) qu'il n'y ait pas de réaction chimique avec le charbon ou l'huile d'immersion;
- b) que la température nécessaire pour fabriquer le bloc ne dépasse pas 100 °C et qu'une température inférieure à 60 °C soit préférable;
- c) que les surfaces des particules de charbon soient facilement imbibées et qu'il y ait une bonne pénétration dans les pores et fissures;
- d) que les particules de charbon soient solidement fixées au cours de l'abrasion et du polissage;
- e) qu'il y ait un contraste marqué avec les particules de charbon lors de l'observation au microscope en immersion dans l'huile;
- f) que la dureté soit comparable à celle du charbon de façon que l'on puisse obtenir par abrasion et polissage une surface plane, sans relief ni rayures;
- g) qu'il n'y ait pas de changement de volume trop important au cours du traitement, changement qui pourrait causer des dommages aux particules de charbon.

5.2 Agent de démoulage, qui n'endommage pas le moule et n'affecte ni le charbon ni le liant.

5.3 Abrasifs: Papiers au carbure de silicium de taille de grains décroissante.

5.4 Abrasifs de polissage: Poudres d'oxydes métalliques ou pâtes de diamant de granulométrie décroissante. Une poudre d'oxyde métallique ayant une taille maximale de particules de 0,05 µm doit être utilisée pour l'étape finale de polissage.

NOTE — Le nombre d'étapes de polissage dépendra de la granulométrie de l'abrasif utilisé pour l'étape finale de l'abrasion et de la granulométrie des abrasifs de polissage disponibles.

Des poudres d'oxyde d'aluminium devront être utilisées d'un bout à l'autre; un abrasif ayant une taille maximale de particules de 0,3 µm devra être utilisé pour l'avant-dernière étape de polissage.

5.5 Couvre-disques, en coton, soie ou tissu synthétique, faisant un minimum de peluches.

6 Appareillage

6.1 Tamis, de 1,00 mm d'ouverture de maille, conforme aux exigences de l'ISO 3310/1, avec un couvercle et un réceptacle adaptés.

6.2 Broyeur à moulin ou pilon et mortier, adaptés au broyage de 0,3 à 0,45 kg de charbon pour passer au travers du tamis (6.1) avec une production minimale de fines.

Le broyeur à moulin peut être actionné manuellement ou électriquement.

6.3 Presse, pouvant produire une pression atteignant 17 MPa¹⁾

Ce peut être un simple levier actionné manuellement, un couple de torsion ou une pression hydraulique.

6.4 Moule métallique, pour contenir le mélange de charbon et de liant pendant les opérations de traitement, avec une bague et un piston d'éjection ou tout autre système pour sortir le bloc du moule après traitement. (Voir note 1.)

Le moule doit pouvoir supporter le double de la pression habituellement appliquée pour fabriquer le bloc. Les dimensions internes du moule doivent être telles que la face du bloc à polir ait une surface d'au moins 600 mm².

NOTES

1 L'intérieur du moule et la surface du piston devront avoir une finition poussée.

2 Pour l'analyse de la réflectance, deux blocs de taille minimale peuvent être nécessaires si le charbon est déficient en vitrinite. Le moule peut être soit cubique, soit cylindrique, pourvu que les blocs fabriqués s'adaptent aux montures de la machine utilisée pour l'abrasion et le polissage.

3 La figure 1 donne un exemple des dimensions d'un moule, d'un piston et d'une bague d'éjection utilisés pour fabriquer un bloc de 40 mm de diamètre.

6.5 Récipients disponibles, convenant pour mélanger les quantités nécessaires de charbon et de liant.

1) 1 MPa = 10⁶ N/m²

NOTE — Des récipients enduits de cire ne conviennent pas.

6.6 Machine pour l'abrasion et le polissage, avec des disques à recouvrement interchangeable pour chacune des étapes de l'abrasion et du polissage.

NOTE — La machine devra être munie d'un porte-échantillon à mouvement inversé et d'un type tel que l'échantillon soit maintenu rigidement et ne puisse tourner indépendamment du support. Le porte-échantillon doit comporter un dispositif permettant de faire varier la charge sur l'échantillon.

6.7 Moyens de nettoyage de l'échantillon: Quelques dispositifs pour le nettoyage de la surface du bloc entre les étapes successives d'abrasion et de polissage doivent être disponibles. Des jets d'eau du robinet et d'eau distillée et, en outre, un nettoyage par ultrasons si cela s'avère utile, sont indispensables.

NOTE — Si nécessaire, un filtre épurateur pourra être utilisé pour éliminer les particules solides de l'eau avant son utilisation pour le nettoyage et le polissage.

6.8 Dessiccateur.

7 Mode opératoire

7.1 Préparation d'un échantillon de charbon pour faire une section polie de grains

7.1.1 Échantillon subdivisé

Obtenir un échantillon subdivisé représentatif du charbon à examiner. Dans la plupart des cas, il sera judicieux de prendre cet échantillon après la première étape de la préparation de l'échantillon pour laboratoire en vue de l'analyse générale, conformément aux exigences de l'ISO 1988.

7.1.2 Séchage

Sécher à l'air l'échantillon subdivisé (7.1.1) conformément aux exigences de l'ISO 1988 pour faciliter le broyage et la division de l'échantillon et pour éviter une interférence avec le liant lors de la préparation de la section de grains.

7.1.3 Réduction de la granulométrie

Réduire la granulométrie des particules à une limite supérieure de 1 mm.

NOTE — La réduction de granulométrie des particules grossières devra être effectuée en utilisant un broyeur à moulin (6.2), ajusté pour donner un produit broyé d'une granulométrie maximale de 1,00 mm avec une production minimale de fines. Si un pilon et un mortier (6.2) sont utilisés, tamiser et broyer successivement le refus jusqu'à ce que tout le charbon passe juste à la taille requise.

7.1.4 Division de l'échantillon

Diviser l'échantillon subdivisé en utilisant un quartier ou un petit diviseur rotatif, afin d'obtenir un échantillon pour laboratoire de 50 à 100 g de charbon conformément aux exigences de l'ISO 1988. L'échantillon pour laboratoire peut être stocké dans un bocal avec un couvercle vissé avant l'analyse.

7.2 Préparation d'un bloc de particules

Le but est la préparation d'un bloc de particules d'épaisseur convenable dans lequel les grains de charbon sont dispersés au hasard dans le liant, de façon telle qu'au moins 60 % de la superficie de la section transversale polie soient du charbon.

NOTES

1 Ce pourcentage réduira le temps d'analyse et toute tendance à la ségrégation des particules due à leur taille et à leur masse volumique.

2 Le mode opératoire précis pour préparer un bloc de particules dépendra du type de liant, du moule et de la presse utilisés. Une fois rassemblés les matériaux et l'appareillage complet prévus en fonction des chapitres 5 et 6, les étapes du mode opératoire peuvent être choisies par l'expérimentateur.

3 Une température élevée est utilisée pour accélérer la vitesse de prise du liant. Quand une prise rapide n'est pas nécessaire, celle-ci peut être réalisée à température ambiante à condition de disposer d'un temps suffisant et que toutes les bulles soient éliminées.

4 Un mode opératoire recommandé est donné en annexe.

7.3 Préparation d'une surface polie d'un bloc de particules

Abraser et polir une face du bloc de particules à l'aide de la machine pour l'abrasion et le polissage (6.6) et d'une série d'abrasifs de granulométrie décroissante. Le bloc peut être tenu manuellement ou à l'aide d'un porte-échantillon.

Des matériaux convenant à la fois pour abraser et pour polir sont décrits en 5.3 à 5.5 et en A.2.3 à A.2.5 de l'annexe. Effectuer le polissage final avec une poudre d'oxyde de métal ayant une taille maximale de particules ne dépassant pas 0,05 µm.

Nettoyer minutieusement la surface du bloc sous un fort jet d'eau (6.7) après chaque étape de l'abrasion et du polissage. L'immersion du bloc dans de l'eau distillée, dans un bain de nettoyage à ultrasons (6.7), est recommandée pour éliminer les débris restant après les étapes d'abrasion. L'élimination de toutes traces de l'abrasif utilisé lors du polissage est essentielle et elle peut être obtenue en frottant la surface avec un tissu de soie propre ou avec de l'ouate, tout en lavant la surface sous un fort jet d'eau. Après le dernier lavage, rincer avec un jet d'eau distillée. Essuyer le bloc dans un courant d'air propre.

NOTES

1 Un séchoir à cheveux électrique ou un ventilateur à air chaud conviennent pour ce but.

2 Des procédés de polissage et d'abrasion sont donnés en annexe.

7.4 Examen de la surface polie

Examiner la surface polie à l'aide d'un objectif séché avec un tissu de soie, à un grossissement d'approximativement X 100 à X 250. La surface doit être conforme aux exigences suivantes:

a) la surface préparée doit être plane et totalement dépourvue de relief;

- b) les particules de charbon sur la surface doivent être totalement dépourvues de trous;
- c) la surface doit être dépourvue de toute rayure;
- d) la surface doit être propre, sans taches ou matériaux abrasés.

Si la surface polie ne correspond pas aux exigences de a) à c), répéter les opérations décrites en 7.3 en commençant par l'étape d'abrasion.

Accorder une attention particulière au stade final de polissage et, si nécessaire, changer le produit d'abrasion final et/ou le couvre-disque.

Si la surface ne présente que les défauts décrits en d), répéter les opérations de lavage décrites en 7.3. Si, après lavage complémentaire à l'eau distillée et séchage en courant d'air chaud, la surface ne remplit toujours pas les conditions requises, répéter les opérations en recommençant par l'étape d'abrasion. Des défauts de polissage ainsi que des surfaces acceptables sont illustrés par la figure 2. (Voir la note.)

Les photomicrographies suivantes sont montrées à la figure 2:

- 1 particules présentant un fort relief souligné par une périphérie foncée;
- 2 particules bien polies sans relief ni défauts;

- 3 particules avec des surfaces piquées de gros trous non satisfaisantes pour le mesurage de réflectance;
- 4 traces de salissures traversant la surface du bloc;
- 5 polissage inacceptable dû à un réseau de rayures fines et grossières;
- 6 surface correctement polie.

Les photomicrographies 1 à 4 sont vues à l'aide d'un objectif séché avec un tissu de soie. Les photomicrographies 5 et 6 sont vues à l'aide d'un objectif à immersion d'huile.

NOTE — L'apparition de très fines rayures sur la surface polie de la vitrine est une faute commune de polissage. Ces rayures peuvent être mises en évidence plus facilement en diminuant l'intensité de l'éclairage ou en utilisant une incidence oblique.

7.5 Conservation avant analyse de réflectance

Si la surface polie est satisfaisante, ôter le bloc du porte-échantillons. Le mettre dans le dessiccateur (6.8) et l'y laisser séjourner 15 h avant l'analyse de réflectance, à moins qu'il n'ait été établi, auparavant, que la réflectance du charbon n'a pas été affectée par son degré d'humidité.

7.6 Réexamen d'un bloc de particules

Une surface qui a été exposée à l'air ou à l'huile doit être repolie comme décrit en 7.3 avant réexamen.

ISO 7404-2:1985
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3121ca9c-c432-4e9b-a504-a78e6a6ad635/iso-7404-2-1985>

Dimensions en millimètres
Sauf indication différente,
les tolérances sont de $\pm 0,15$ mm

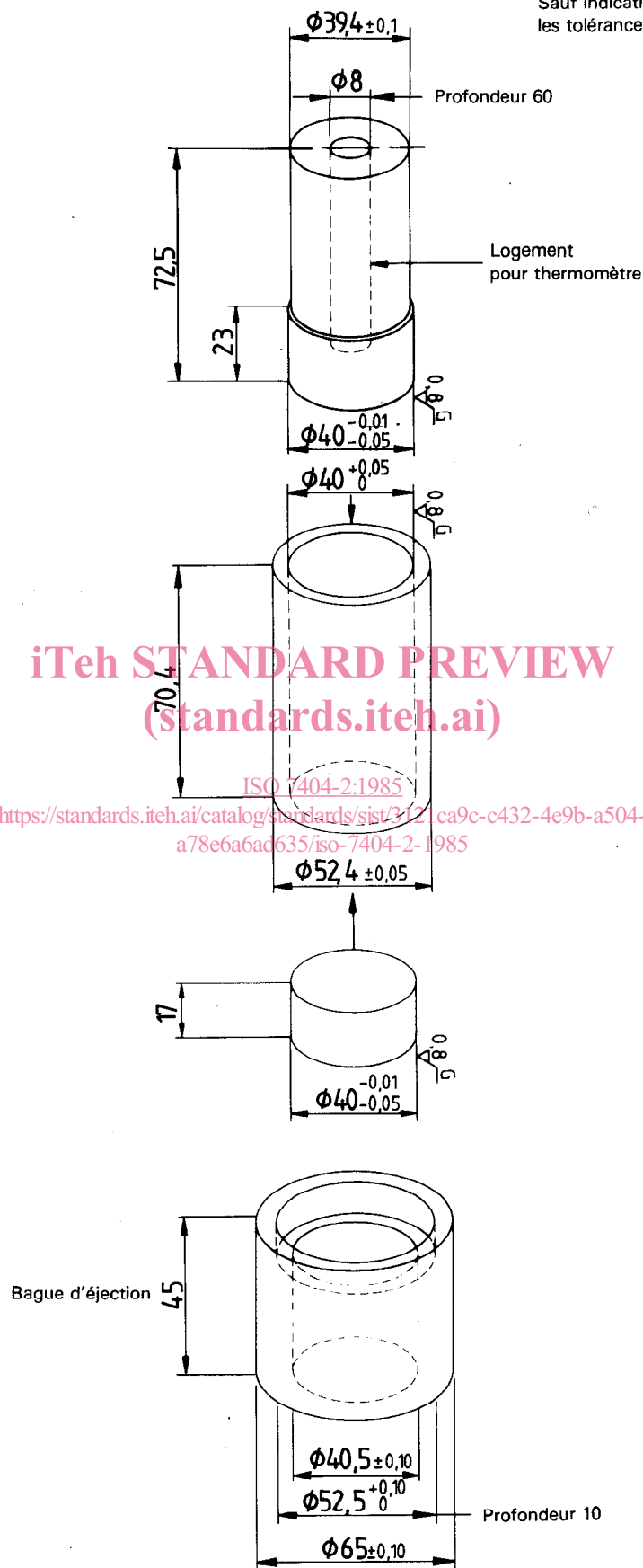


Figure 1 — Moule approprié pour la préparation de blocs de particules

Annexe

Mode opératoire recommandé pour la préparation d'un bloc poli de particules de charbon broyé en vue de l'analyse pétrographique

A.1 Généralités

La présente annexe décrit les matériaux et l'appareillage nécessaires pour mener à terme la préparation d'un bloc de particules à partir d'un échantillon de charbon broyé ainsi que l'abrasion et le polissage d'une face. La méthode a le mérite d'être rapide et de permettre la préparation d'une surface polie selon la norme sur des charbons de rang différent avec des chances raisonnables de succès.

A.2 Matériaux

A.2.1 Liant: Résine époxyde de faible viscosité contenant des éthers diglycidyl et un durcisseur liquide.

AVERTISSEMENT — Le contact entre les résines époxyde et la peau doit être évité. Des gants de caoutchouc ou de polyéthène sont conseillés. Éviter, par une bonne ventilation, d'inhaler les vapeurs de résine au cours des étapes de mélange et de traitement.

Le mélange de la résine époxyde et du durcisseur devrait avoir une viscosité ne dépassant pas 10 P¹⁾ à 25 °C quand il vient d'être mélangé, et la durée de traitement à 90 ± 5 °C ne devrait pas dépasser 30 min.

A.2.2 Agent de démoulage: Composé de silicone dissous dans du white spirit dont la teneur en hydrocarbures aromatiques est inférieure à 25 % (V/V).

A.2.3 Abrasifs: Papiers au carbure de silicium adhésifs et résistants à l'eau, ayant une granulométrie moyenne d'environ 50 µm et 15 µm.

A.2.4 Abrasifs de polissage: Poudres d'oxyde d'aluminium ayant une taille maximale de particules ne dépassant pas 0,3 µm et 0,05 µm.

A.2.5 Couvre-disques: Tissus synthétiques faisant un minimum de peluches avec, au dos, un adhésif résistant à l'eau.

A.3 Appareillage

A.3.1 Presse hydraulique, pouvant produire une pression atteignant 17 MPa.

A.3.2 Moule métallique.

Voir 6.4.

A.3.3 Moufle chauffant, pour élever la température du moule à 90 ± 5 °C.

A.3.4 Récipients disponibles.

Voir 6.5.

A.3.5 Machine pour l'abrasion et le polissage, avec des disques d'un diamètre de 300 mm.

Voir 6.6.

A.3.6 Bain de nettoyage par ultrasons, pour nettoyer l'échantillon.

A.3.7 Dessiccateur, ayant un diamètre de 20 à 25 cm.

A.3.8 Étuve, susceptible d'être maintenue à 90 ± 5 °C.

A.3.9 Thermomètre, à mercure en verre, couvrant la gamme de 0 à 110 °C.

A.4 Mode opératoire

A.4.1 Préparation d'un bloc de particules

Préparer environ 10 ml de la résine époxyde et du durcisseur (A.2.1) dans les proportions recommandées par le fabricant et mélanger soigneusement dans un récipient (A.3.4) à l'aide d'une spatule de bois.

Mettre environ 20 ml (26 g) représentatifs de l'échantillon de charbon broyé dans un autre récipient. Ajouter quelques gouttes du mélange résine-durcisseur préparé et mélanger soigneusement au charbon à l'aide d'une spatule de bois. Ajouter de la résine goutte à goutte jusqu'à ce que le mélange ait la consistance d'une pâte épaisse qui adhèrera juste sur les parois du récipient.

Nettoyer les pistons et les surfaces internes du moule (A.3.2) afin d'éliminer toute trace de résine restant d'un usage antérieur et enduire ces surfaces avec l'agent de démoulage (A.2.2). Insérer le piston inférieur. Préchauffer le moule et les pistons à une température de 90 ± 5 °C à l'aide du moufle (A.3.3) ou en les plaçant dans l'étuve (A.3.8) maintenue à 90 ± 5 °C. Remplir le moule préchauffé avec le mélange résine-charbon et insérer le piston supérieur. Placer le moule et son contenu dans la presse (A.3.1) et appliquer au bloc une pression comprise entre

1) 1 P = 0,1 Pa·s = 0,1 N·s/m²

14 et 17 MPa, durant 3 à 5 s. Relâcher puis remettre la pression et répéter le cycle plusieurs fois pour éliminer les bulles d'air emprisonnées lors du mélange. Maintenir la pression durant au moins 10 min pour prévenir toute fracturation au cours du durcissement.

Éviter d'appliquer une trop forte pression, ce qui pourrait provoquer l'éclatement des particules de charbon. Utiliser le moufle pour maintenir la température du moule à 90 ± 5 °C pendant la durée de l'opération et durant au moins 10 min supplémentaires. Vérifier la température avec le thermomètre (A.3.9) placé dans le trou aménagé à cet effet dans le piston.

Éjecter le bloc de particules du moule et l'étiqueter. Si le bloc est légèrement mou lorsqu'on appuie dessus avec l'ongle du pouce, le placer dans l'étuve (A.3.8) maintenue à 90 ± 5 °C durant quelques minutes jusqu'à ce qu'il soit complètement dur.

A.4.2 Méthode d'abrasion

Fixer le bloc dans un porte-échantillons, appliquer une pression d'environ 0,02 MPa au bloc et abraser une surface plane à l'aide de papier au carbure de silicium d'une granulométrie moyenne d'environ 50 μm et en utilisant l'eau comme lubrifiant. Les disques doivent tourner entre 125 et 150 r/min et le porte-échantillons entre 30 et 60 r/min, en sens inverse. Asperger la surface abrasive avec de l'eau au cours de l'abrasion et continuer à abraser jusqu'à ce que les surfaces exposées des particules de charbon soient sur un plan sans trous ni fissures. Le temps nécessaire pour l'abrasion automatique dépend de facteurs tels que la dureté du charbon, l'état d'usure des papiers au carbure de silicium et le niveau initial des blocs dans le porte-échantillons. Cette étape devrait normalement être terminée en 1 min. (Voir notes 1 et 2.)

Éliminer toutes les particules étrangères en lavant le bloc contenu dans le porte-échantillons sous un fort jet d'eau. L'immersion du bloc dans de l'eau distillée, dans le bain de nettoyage par ultrasons (A.3.6), assurera l'élimination de toute impureté grossière piégée.

Prendre alors un papier au carbure de silicium ayant une granulométrie moyenne d'environ 15 μm et continuer l'abrasion jusqu'à ce que les particules individuelles de charbon soient clairement visibles et que la surface soit lisse, sans rayures profondes, avec un léger poli. Nettoyer le bloc de particules et le porte-échantillons comme décrit dans l'alinéa précédent.

Examiner la surface abrasée à l'aide d'un objectif séché avec un tissu de soie, à un faible grossissement (approximativement X 10), sans sortir le bloc du porte-échantillons, et, si des rayures profondes sont présentes, réabraser la surface selon le même procédé en commençant avec le papier au carbure de silicium de granulométrie 50 μm . (Voir note 3.)

NOTES

1 Les porte-échantillons sont normalement faits pour plusieurs blocs et toutes les alvéoles doivent être remplies avec des blocs vides si nécessaire.

2 Le bord du bloc devra être biseauté manuellement sur le papier au carbure de silicium de granulométrie 50 μm pour éviter la fragmentation de la bordure au cours du polissage, avec les risques de dommages qui en découlent pour la surface préparée.

3 Les papiers au carbure de silicium devront être remplacés quand ils deviennent usés à un point tel que l'on ne peut plus produire de surface abrasée correcte pendant la durée normalement nécessaire à l'étape d'abrasion correspondante.

A.4.3 Méthode de polissage

Ajouter 10 ml d'eau à 10 ml d'alumine de polissage (A.2.4) ayant une taille maximale de particules de 0,3 μm , dans une éprouvette de 25 ml. Tandis que le disque est immobile, saturer le couvre-disque avec de l'eau, puis verser la totalité de l'alumine sur la surface du couvre-disque.

Appliquer aux blocs la même pression que celle utilisée pour l'abrasion, et, avec les mêmes vitesses, polir les blocs durant 2 min. Il n'est pas nécessaire d'ajouter de l'alumine ou de l'eau durant les 2 min de polissage. À la fin de cette période, tout en laissant tourner le disque, l'arroser avec un jet d'eau pour éliminer l'alumine du disque et des blocs. Après avoir lavé les blocs sur le disque durant environ 0,5 min, ôter toutes particules résiduelles de charbon ou d'alumine en lavant les blocs de particules contenus dans le porte-échantillons sous un fort jet d'eau. (Voir note 1.)

Répéter les opérations de polissage en utilisant un second couvre-disque imprégné de 10 ml d'eau et 10 ml d'alumine de polissage ayant une taille maximale de particules de 0,05 μm . (Voir notes 2 et 3.)

Sans enlever le porte-échantillons, arroser le disque tournant avec de l'eau durant environ 0,5 min pour éliminer l'alumine. Tandis qu'ils sont encore dans le porte-échantillons, éliminer toute l'alumine résiduelle en lavant les blocs de particules sous un fort jet d'eau tout en essuyant leur surface avec de l'ouate ou un tissu de soie. Finalement, rincer les blocs avec un jet d'eau distillée, les sécher dans un courant d'air propre et chaud et, sans les extraire du porte-échantillons, procéder à l'examen des blocs comme décrit en 7.4.

NOTES

1 Après utilisation, les couvre-disques (A.2.5) devront être lavés à l'eau et rangés dans un récipient à l'abri de la poussière. Les couvre-disques devront être remplacés quand ils deviennent usés ou quand les surfaces polies obtenues ne sont plus satisfaisantes.

2 C'est le type de couvre-disque utilisé lors de l'étape finale de polissage qui détermine la possibilité de produire des surfaces polies de charbon qui soient satisfaisantes. Les opérateurs devront essayer une variété de types de tissus afin d'en trouver un qui convienne.

3 La durée du polissage final ne devra pas, normalement, dépasser 2 min, mais elle dépendra de la pression appliquée au bloc, des vitesses de rotation du disque et du porte-échantillons, de leurs dimensions et de la distance entre leurs centres. Les effets de relief sur les bords des particules seront minimisés en maintenant les temps de polissage aussi courts que possible. À l'aide de ce type d'équipement, avec la gamme des vitesses du disque et des pressions spécifiées, il a été établi qu'un polissage sans trop de relief peut être réalisé. Les conditions précises, pour parvenir à la qualité de polissage nécessaire, devront être déterminées pour l'appareil particulier utilisé et, une fois établies, elles ne devront plus varier lors de la fabrication ultérieure de blocs polis de particules.