
**Détermination des répartitions
granulométriques — Méthode de la zone de
détection électrique**

*Determination of particle size distributions — Electrical sensing zone
method*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 13319:2000](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/eb3ad03f-e770-4a9e-ad89-fc845ab4f865/iso-13319-2000)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/eb3ad03f-e770-4a9e-ad89-
fc845ab4f865/iso-13319-2000](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/eb3ad03f-e770-4a9e-ad89-fc845ab4f865/iso-13319-2000)



PDF – Exonération de responsabilité

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 13319:2000](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/eb3ad03f-e770-4a9e-ad89-fc845ab4f865/iso-13319-2000)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/eb3ad03f-e770-4a9e-ad89-fc845ab4f865/iso-13319-2000>

© ISO 2000

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'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax. + 41 22 734 10 79
E-mail copyright@iso.ch
Web www.iso.ch

Imprimé en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
1 Domaine d'application	1
2 Termes et définitions	1
3 Symboles	1
4 Principe	2
5 Fonctionnement général	3
6 Modes opératoires	5
7 Calcul des résultats	11
8 Analyse	11
9 Validation	11
Annexe A (informative) Table des matériaux et des solutions électrolytiques	13
Annexe B (informative) Technique à deux ou plusieurs détecteurs	23
Annexe C (informative) Exemple d'étalonnage par intégration massique	25
Annexe D (informative) Étalonnage et surveillance des orifices fréquemment utilisés	27
Annexe E (informative) Fiches de données	28
Bibliographie	30

ISO 13319:2000

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/eb3ad03f-e770-4a9e-ad89-fc845ab4f865/iso-13319-2000>

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 Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 3.

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.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments de la présente Norme internationale peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

La Norme internationale ISO 13319 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 24, *Tamis, tamisage et autres méthodes de séparation granulométrique*, sous-comité SC 4, *Granulométrie par procédés autres que tamisage*.

Les annexes A à E de la présente Norme internationale sont données uniquement à titre d'information.

ISO 13319:2000

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/eb3ad03f-e770-4a9e-ad89-fc845ab4f865/iso-13319-2000>

Détermination des répartitions granulométriques — Méthode de la zone de détection électrique

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale fixe des lignes directrices pour le mesurage granulométrique de particules dispersées dans une solution électrolytique, par la méthode de la zone de détection électrique. Elle n'aborde pas les exigences spécifiques de mesure granulométrique de matériaux spécifiques. La méthode décrite dans la présente Norme internationale mesure les volumes de particules et est applicable aux granulométries d'une étendue comprise entre environ 0,6 μm et 1 600 μm .

2 Termes et définitions

Pour les besoins de la présente Norme internationale, les définitions et termes suivants s'appliquent.

2.1 temps mort

temps pendant lequel les dispositifs électroniques ne peuvent pas détecter de particules, en raison du traitement des signaux d'une particule précédente

2.2 orifice

ouverture de faible diamètre, à travers laquelle la suspension est aspirée

2.3 zone de détection

volume de solution électrolytique dans, et autour de, l'orifice dans lequel est détectée une particule

2.4 volume d'échantillonnage

volume de suspension qui est analysé

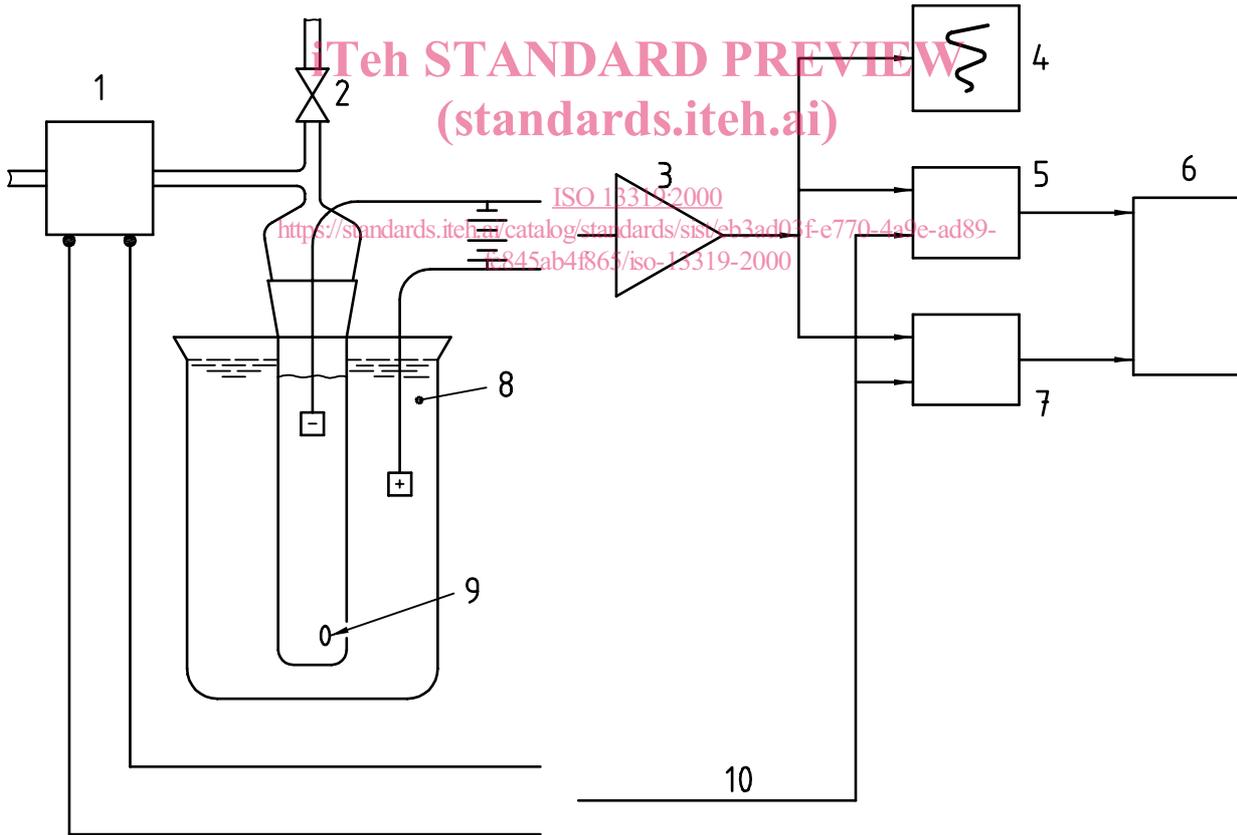
3 Symboles

D	diamètre d'orifice, en μm
K_d	constante d'étalonnage de diamètre
\bar{K}_d	constante d'étalonnage de diamètre moyen
$\sigma_{\bar{K}_d}$	écart-type de la constante d'étalonnage moyenne
m	masse de l'échantillon dans le bêcher, en g
V_T	volume de solution électrolytique dans lequel est dispersé m , en ml
V_m	volume d'analyse, en ml
ΔN_i	nombre de comptages dans un intervalle de dimension i
ρ	masse de particules par volume de l'électrolyte qu'elle déplace, en $\text{g}\cdot\text{ml}^{-1}$

- \bar{V}_i volume moyen arithmétique pour un intervalle de dimension particulier i , en ml
- V_i volume de la particule obtenu à partir du seuil, ou limite de voie et unités des instruments; sans étalonnage arbitraire au diamètre des particules (c'est-à-dire $V_i = tIA$, où t = niveau de seuil, I = courant dans l'ouverture et A = facteur d'atténuation), en ml
- x diamètre d'une sphère dont le volume est équivalent à celui de la particule, en μm
- x_{50}, x_{10}, x_{90} valeurs de x correspondant aux points percentiles 50 %, 10 % et 90 % des répartitions de particules déclassées inférieures en pourcentages cumulatifs, en μm

4 Principe

La réponse, c'est-à-dire l'impulsion électrique générée au passage d'une particule par l'orifice, s'est révélée à la fois expérimentalement et théoriquement proportionnelle au volume de la particule (voir Bibliographie). Une suspension diluée de particules dispersées dans une solution électrolytique est agitée pour donner un mélange homogène. Celui-ci est aspiré pendant ou après l'agitation, par un petit orifice ou une ouverture, dans une paroi isolante. Un courant appliqué sur deux électrodes, placées de chaque côté de l'orifice, permet, par les changements d'impédance électrique, de détecter les particules à mesure qu'elles traversent l'orifice. Les impulsions générées par les particules sont amplifiées et comptées, et leur amplitude analysée. Après avoir appliqué un facteur d'étalonnage, une répartition du nombre des particules en fonction du diamètre en équivalent volume est obtenue. Cette répartition est en général convertie en pourcentage par masse par rapport à la dimension granulométrique, lorsque le paramètre de dimension est exprimé sous forme de diamètre d'une sphère de volume et de densité égaux à celui de la particule. Voir Figure 1.



Légende

- | | | | |
|---|--|----|---|
| 1 | Compteur volumétrique | 6 | Sortie |
| 2 | Soupape | 7 | Analyseur d'amplitude d'impulsion |
| 3 | Amplificateur d'impulsions | 8 | Suspension de particules agitées dans une solution électrolytique |
| 4 | Amplificateur d'impulsions de l'oscilloscope | 9 | Ouverture |
| 5 | Circuit de comptage | 10 | Arrêt/marche du compteur |

Figure 1 — Diagramme illustrant le principe de la méthode de la zone de détection électrique

5 Fonctionnement général

5.1 Réponse

Si les particules sont sphériques, la réponse électrique est proportionnelle au volume des particules. Ceci s'est également avéré pour les particules d'autres formes; cependant, la constante de proportionnalité (c'est-à-dire la constante d'étalonnage de l'instrument) peut être différente. En règle générale, il convient que les particules aient une faible conductivité par rapport à celle de la solution électrolytique, mais les particules conductrices peuvent être mesurées.

5.2 Limites liées aux propriétés des particules

La limite inférieure de granulométrie de la méthode de la zone de détection électrique est généralement considérée n'être restreinte que par le bruit thermique et électronique. Elle est normalement située à environ $0,6 \mu\text{m}$, mais dans des conditions favorables, une limite plus basse est possible. Il n'y a pas de limite supérieure théorique, et pour les particules ayant une densité similaire à celle de la solution électrolytique, le plus grand orifice disponible (normalement $2\,000 \mu\text{m}$) peut être utilisé.

Quand la masse volumique des particules est élevée, la limite supérieure de granulométrie est atteinte quand les particules ne peuvent plus être maintenues en suspension homogène. Dans ce cas, la viscosité et/ou la densité de la solution électrolytique doit être augmentée, par exemple en ajoutant du glycérol ou du saccharose.

L'étendue granulométrique pour un détecteur à un seul orifice est proportionnelle au diamètre de l'orifice, D . La réponse s'est révélée dépendre de façon linéaire de D sur une étendue allant de $0,015 D$ à $0,80 D$ (soit $1,5 \mu\text{m}$ à $80 \mu\text{m}$ pour un orifice de $100 \mu\text{m}$), bien que l'orifice ait tendance à s'obturer à des niveaux supérieurs à $0,60 D$. Cette étendue peut être augmentée en utilisant deux détecteurs ou plus (voir annexe B) mais dans la pratique, ce mode opératoire peut être évité en sélectionnant soigneusement le diamètre d'un seul détecteur, de façon à avoir une étendue acceptable.

La réponse de l'instrument dépend de la résistance électrique effective de la particule, qui est habituellement élevée. Le mesurage des particules conductrices (par exemple des métaux, du carbone, du silicium et de nombreux types de cellules et d'organismes, comme les globules sanguins) nécessite un temps de mise en œuvre plus long. Les particules peuvent devenir électriquement translucides (c'est-à-dire donner une impulsion électrique plus petite que ne l'indique leur volume) si une tension, généralement de 10 V à 15 V ou plus, est appliquée entre les électrodes. Pour obtenir des résultats acceptables, une répartition est faite dans des conditions normales. L'analyse est ensuite refaite en utilisant la moitié du courant et le double du gain (1/atténuation). Il est de règle que les répartitions soient les mêmes. Si ce n'est pas le cas, il convient de recommencer la procédure en utilisant un courant encore inférieur.

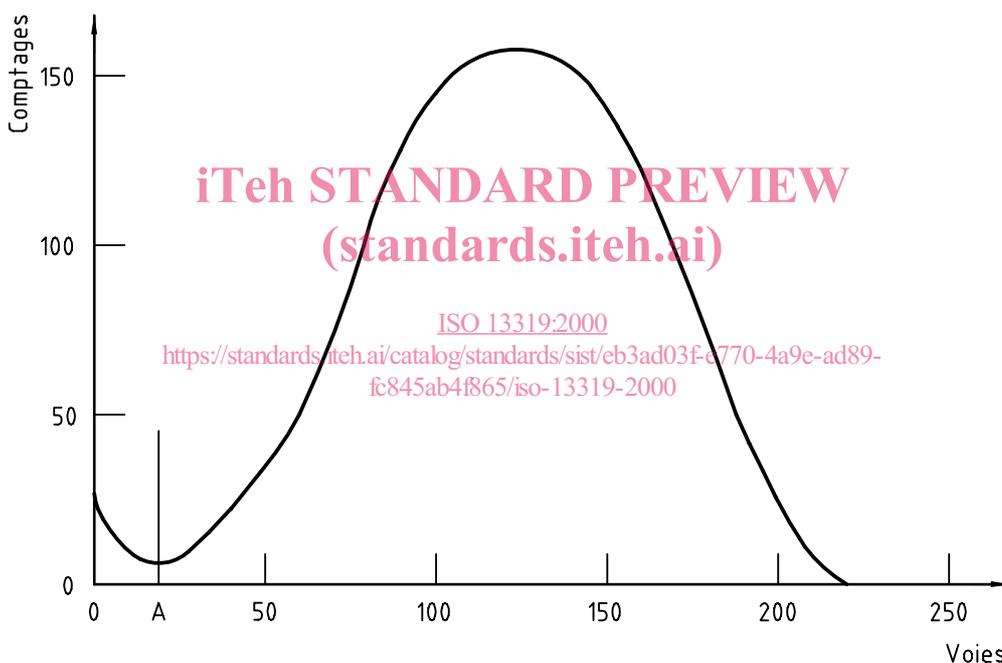
5.3 Effet du passage de particules coïncidentes

Des données idéales seraient obtenues si les particules traversaient l'orifice une par une, chaque particule produisant ainsi une impulsion unique. Quand deux particules ou plus arrivent ensemble dans la zone de détection, l'impulsion qui en résulte est complexe. Soit on obtient une grande impulsion unique, entraînant une perte de comptage et l'enregistrement effectif d'une seule grosse particule, soit le comptage est correct mais la dimension consignée de chaque particule est augmentée, soit certaines particules ne sont pas comptées. Ces effets altèrent la répartition des particules obtenue, mais ils peuvent être minimisés en utilisant de faibles concentrations. Le Tableau 1 montre les comptages par millilitre pour que la coïncidence soit de 5 % (soit environ une particule sur vingt seulement est affectée). En règle générale, il convient que les comptages par millilitre soient toujours inférieurs à ces valeurs données. Dans la mesure où il y a lieu que les répartitions granulométriques ne soient pas fonction de la concentration, l'effet de la coïncidence peut être contrôlé en obtenant une répartition à une concentration et en la comparant avec celle obtenue quand la concentration est diminuée de moitié. Pour ce contrôle, refaire les dilutions jusqu'à ce que la réduction dans le comptage dans une voie ayant le plus grand nombre, diminue proportionnellement à la dilution. Il est recommandé de toujours procéder ainsi lors de l'analyse de répartitions granulométriques très étroites car c'est là où l'effet de la coïncidence est le plus sensible.

5.4 Temps mort

Dans certains instruments modernes, des routines d'analyse pour amplitudes d'impulsion sont utilisées pour traiter les données. Dans la mesure où traiter chaque impulsion prend un temps fini, il est possible que l'analyseur ne puisse pas compter les particules pendant un temps donné après réception d'une impulsion. Cela signifie que lorsque le taux de comptage est relativement élevé, une proportion significative des comptages peut être perdue. Comme le temps mort n'est pas fonction de l'amplitude des impulsions, la perte sera proportionnelle aux comptages dans chaque voie, et n'affectera pas la répartition granulométrique. Cependant, si la concentration doit être consignée ou si la méthode d'étalonnage par intégration massique (voir 6.11.3) doit être utilisée, l'effet peut être limité au maximum en utilisant des suspensions diluées (par exemple à < 5 % de coïncidence) et en réglant l'instrument de sorte que les impulsions dans les voies les plus basses ne soient pas comptées. Cela se fait en obtenant d'abord une répartition des comptages et en observant le nombre de comptages par voie. Un résultat type est indiqué à la Figure 2. En limitant les comptages dans la voie la plus basse à ceux indiqués en A, le temps mort sera réduit au minimum.

En fonctionnement normal, ce temps mort ne causera aucune altération de la granulométrie puisque le risque de ne pas être comptées sera le même pour toutes les particules, à condition qu'un grand nombre de particules, au moins 100 000, soient comptées. Cependant, le temps mort affectera l'exactitude de la méthode d'étalonnage par intégration massique (voir 6.11.3) là où il y aura une perte apparente de masse.



Les comptages dans les voies en dessous de A sont des comptages de bruits. Les comptages de particules réelles se trouvent dans les voies plus élevées.

Figure 2 — Résultats types

5.5 Répétabilité des comptages

Il a été montré que dans une analyse correcte, le nombre de comptages dans chaque voie est une variable aléatoire qui suit la loi de Poisson. Cela signifie que l'écart-type d'un nombre de comptages N avoisine \sqrt{N} . Ainsi, dans une série de répétitions, le nombre de comptages dans une voie, $N_{i,1}$, $N_{i,2}$, $N_{i,3}$, etc. qui produit un comptage moyen N_i avec un niveau de confiance de 95 %, en règle générale, les comptages répétés $N_{i,n}$ se situent dans la gamme $N_i \pm 1,96 \sqrt{N_i}$; c'est-à-dire que si le comptage N_i est de 100 000, l'incertitude est de ± 619 . Si pour vingt analyses répétées, plus d'une se situe hors de cette gamme, il convient de réexaminer le mode de préparation des échantillons (voir 6.7). Ce contrôle statistique peut être effectué sur des voies uniques, des groupes de voies, ou sur le comptage total des particules.

6 Modes opératoires

6.1 Situation des instruments

Il est recommandé de placer l'instrument dans un environnement propre, exempt d'interférences électriques et de vibrations excessives. Si des solvants organiques doivent être utilisés, il convient d'assurer une bonne ventilation du secteur.

6.2 Linéarité du système détecteur/amplificateur

La linéarité du système détecteur/amplificateur peut être vérifiée en utilisant trois suspensions de particules monodispersées de diamètre certifié. Dans une solution électrolytique adaptée, l'instrument est étalonné avec des particules d'environ $0,3 D$ (voir 6.11.2). Des microsphères de deux autres dimensions sont ensuite ajoutées à la suspension (une de dimension d'environ $0,2 D$ et une d'environ $0,5 D$). La suspension est analysée de nouveau et la dimension correspondant à ces crêtes supplémentaires doit correspondre à la dimension indiquée des particules à 5 % près.

6.3 Linéarité du système de comptage

La linéarité du système de comptage peut être contrôlée en effectuant trois comptages à une concentration arbitraire. La concentration est ensuite réduite et trois autres comptages obtenus. Le rapport de la moyenne des comptages est en règle générale le même que celui de la dilution. Si la concordance ne se situe pas à 5 % près, il convient de refaire le contrôle en comparant les deux dilutions les plus faibles (la coïncidence peut empêcher d'obtenir le comptage exact si la concentration est trop élevée). En règle générale, les analyses ultérieures sont effectuées à la dilution donnant les meilleurs résultats.

6.4 Volume V_m de la suspension analysée

Si les concentrations des particules doivent être déterminées ou si la méthode d'étalonnage par intégration massique doit être utilisée (voir 6.11.3), il est nécessaire de vérifier le volume V_m de la suspension analysée, qui est habituellement garanti uniquement à une valeur dosée par le fabricant. Il convient de connaître la valeur du volume analysé. À l'aide d'une suspension de particules, à un niveau de comptage statistiquement valable (voir 6.3), mesurer trois fois le comptage total des particules avec ce volume. Passer à un autre volume d'analyse et effectuer au moins trois fois les comptages totaux de particules. Le rapport du nombre total de comptages sera le rapport entre le volume garanti et le volume sélectionné. Il convient de consigner tous les comptages.

6.5 Choix de la solution électrolytique

Il est recommandé de sélectionner une solution électrolytique dans laquelle l'échantillon est insoluble. Il y a lieu que la solution ne dissolve, ne flocule, ou ne provoque aucune réaction, ni ne gêne de toute autre manière l'état de dispersion de l'échantillon pendant le temps de mesure, en général jusqu'à 5 min.

Les particules insolubles dans l'eau peuvent être analysées dans des électrolytes aqueux, comme une solution d'orthophosphate de sodium hydraté à 50 g/l, ou une solution de chlorure de sodium à 10 g/l. Les particules solubles dans l'eau peuvent souvent être analysées dans une solution de chlorure de lithium à 50 g/l dans du méthanol, ou dans une solution de thiocyanate d'ammonium à 50 g/l dans de l'isopropanol. Voir annexe A pour les autres solutions recommandées pour de nombreux matériaux communs.

6.6 Préparation de la solution électrolytique

Il est recommandé de bien filtrer avant utilisation la solution électrolytique à l'aide d'un filtre à diaphragme d'une grosseur de pores inférieure au diamètre de la plus petite particule mesurée, car il est essentiel que le comptage de fond soit aussi bas que possible. Il est recommandé de rincer au préalable toute la verrerie et tous les autres appareils utilisés avec de la solution électrolytique filtrée. Les comptages de fond ne dépassent pas en règle générale les valeurs données dans le Tableau 1 ni ne donnent un volume équivalent total dépassant 0,1 % du volume total des particules ultérieurement mesurées dans le même volume d'échantillonnage.

Tableau 1 — Comptages de fond et coïncidence à 5 % pour les diamètres types d'orifice

Diamètre d'orifice <i>D</i> μm	Volume d'analyse ^a <i>V_m</i> ml	Comptages de fond ^b	Comptages ^c pour coïncidence à 5 % <i>N</i>
1 000	2	2	80
560	2	10	455
400	2	25	1 250
280	2	75	3 645
200	2	200	10 000
140	2	600	29 150
100	0,5	400	20 000
70	0,5	1 200	58 500
50	0,05	300	16 000
30	0,05	1 500	74 000
20	0,05	5 000	250 000

^a Pour d'autres volumes d'échantillons, utiliser les valeurs au prorata.
^b Comptages maximaux recommandés.
^c Calculés à l'aide de l'équation $N = \frac{4 \times 10^{10} V_m}{D^3}$

6.7 Préparation et dispersion recommandées des échantillons

6.7.1 Généralités

Un dispersant est en règle générale sélectionné parmi les recommandations de l'ISO 14887 ou l'annexe A.

6.7.2 Méthode 1: à l'aide d'une pâte

L'échantillon est généralement subdivisé jusqu'à obtenir environ 0,2 cm³. Si l'échantillon est sous forme de poudre, il convient de la travailler et la pétrir doucement avec une spatule souple et quelques gouttes d'un dispersant adapté pour briser les agglomérats. Une masse d'environ 20 mg à 50 mg de la pâte est transférée dans un bêcher à fond arrondi et diluée avec du dispersant, puis avec quelques gouttes de la solution électrolytique. Le bêcher est presque rempli de solution électrolytique et placé dans un bain à ultrasons de faible puissance pendant 1 min, en remuant de temps en temps. La Figure 3 donne un modèle approprié de bêcher d'une capacité de 400 ml avec déflecteur. Le bain à ultrasons est en règle générale de l'ordre de 50 W à 100 W, 60 kHz à 80 kHz, et il est recommandé d'utiliser un chronomètre pour assurer une technique de dispersion reproductible.

NOTE L'utilisation de bains et sondes, mélangeurs et mixeurs ultrasoniques à forte énergie peut provoquer à la fois une agglomération et une fracture des particules.

S'il n'est pas nécessaire que l'échantillon soit dispersé complètement, il peut être ajouté à la solution électrolytique et au dispersant tout en agitant.

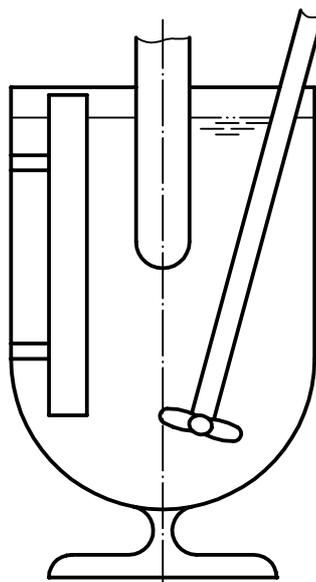


Figure 3 — Exemple de b cher avec d flecteur et agitateur

6.7.3 M thode 2: autre m thode applicable aux particules de faible densit  de moins de 50 μm

L' chantillon est en r gle g n rale subdivis  pour obtenir un  chantillon d'environ 1 g qui est m lang  au dispersant et ajout    l' lectrolyte et   la solution. Le b cher (voir Figure 3) contenant la suspension est ensuite plac  dans un bain   ultrasons pendant environ 45 s. Apr s avoir bien agit  cette suspension m re, 5 ml en sont retir s   l'aide d'une pipette et ajout s   environ 400 ml de solution  lectrolytique, puis plac s dans le bain   ultrasons pendant 15 s suppl mentaires. Avec cette m thode, il est important qu'au moins deux  chantillons soient retir s de la suspension m re et analys s, pour garantir la r p tabilit  de l' chantillonnage aliquote et de l'analyse.

6.7.4 Suspensions et  mulsions

Les suspensions et les  mulsions peuvent  tre dilu es en ajoutant lentement la solution  lectrolytique. Pour  viter tout « choc de dilution », les  mulsions d'huile dans l'eau peuvent  tre dilu es pour commencer avec de l'eau distill e ou d min ralis e.

6.7.5 V rification de la dispersion

Un petit  chantillon de la dispersion est plac  sur une lame porte-objet d'observation au microscope optique et utilis  afin de v rifier le degr  de dispersion et estimer l' tendue granulom trique des particules.

6.8 Choix d'orifice(s) et volume(s) d' chantillonnage

  partir de l'examen au microscope (6.7.4), estimer le diam tre des plus grosses particules pr sentes.

Choisir un orifice pour l'analyse granulom trique de sorte que le diam tre des particules les plus grosses   analyser soit inf rieur d'environ 50 % au diam tre de l'orifice, et ceci afin de r duire la possibilit  d'obturation de l'orifice. S'il y a une proportion consid rable de l' chantillon en dessous de la limite granulom trique inf rieure de cet orifice (1,5 % de son diam tre), un deuxi me et  ventuellement un troisi me orifice plus petits seront n cessaires (voir annexe B).

Sélectionner un volume d'échantillonnage convenable en se référant au Tableau 1. Il peut être nécessaire d'analyser un certain nombre de ces volumes d'échantillonnage pour accumuler un nombre total de particules valable statistiquement, par exemple environ 100 000 [soit une précision de ± 619 (voir 5.5) ou supérieure à $\pm 1\%$]. Le fait de compter moins de particules réduira la précision, mais ceci peut être nécessaire en utilisant des orifices plus grands ou en effectuant des études de contamination.

6.9 Nettoyer un orifice obturé

Les orifices en dessous de 100 μm de diamètre peuvent être obturés par des particules étrangères, en particulier si des précautions ne sont pas prises pour assurer une manipulation propre, un filtrage soigneux et un bon rinçage des bêchers et équipements associés. Une obturation se voit facilement au moyen de l'optique de visée fourni avec l'analyseur.

Une obturation partielle peut être indiquée par des durées d'écoulement différentes pour le même volume dosé. Il est possible de retirer les obturations automatiquement ou par l'une des techniques suivantes:

- a) rinçage: inverser le sens d'écoulement par l'orifice peut suffire à dégager une obturation;
- b) ébullition: il est possible d'utiliser l'effet de la chaleur du courant pour amener une ébullition et dégager l'obturation. Ceci se fait en utilisant un fort courant dans l'orifice;
- c) broyage: il est souvent possible de broser les particules pour les détacher de l'orifice en utilisant une petite brosse souple de première qualité et avec des poils coupés court. Il convient de faire attention à ne pas endommager l'orifice;
- d) pression d'air;
- e) nettoyage par ultrasons: le tube de l'orifice étant rempli de solution électrolytique, plonger l'extrémité dans un bain à ultrasons de faible puissance pendant environ 1 s. Répéter cette opération autant de fois que nécessaire. Cette méthode est très efficace mais il convient de faire particulièrement attention car il est possible d'endommager l'orifice.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 13319:2000

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/eb3ad03f-e770-4a9e-ad89-fc845ab4f865/iso-13319-2000>

AVERTISSEMENT — Il est recommandé de ne pas utiliser cette méthode pour les orifices de 50 μm ou moins.

6.10 Stabilité de la dispersion

Une fois le meilleur orifice installé, et la suspension préparée, sécher l'extérieur du bêcher et le placer sur le support échantillon de l'instrument. Ajuster l'agitateur pour un effet maximum sans créer de tourbillon qui causerait des bulles.

La stabilité de la dispersion pendant l'analyse est ensuite vérifiée. Une analyse granulométrique complète est faite dès que possible après dispersion; la suspension est ensuite agitée pendant 5 min à 10 min et la suspension est analysée de nouveau. Des comptages cumulatifs sont consignés à des niveaux de dimensions proches de 30 % et 5 % du diamètre d'orifice (appelé x_{max} et x_{min} respectivement). Des changements dans les comptages supérieurs à ceux attendus des statistiques, soit \sqrt{N} , indiqueront que la dispersion n'est pas stable. Le Tableau 2 précise certaines causes possibles.

Dans tous les cas indiqués dans le Tableau 2, sauf le premier cas, il convient d'essayer une combinaison différente dispersant/solution électrolytique, et de vérifier de nouveau la dispersion.